



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SÁN
NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y
MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRIA EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

CARACTERIZACIÓN ULTRASÓNICA EN UNA ALEACIÓN Ti-6Al-4V DE
MICROESTRUCTURA BIMODAL, EQUIAXIAL Y LAMINAR CON
PRECIPITADOS DE Ti_3Al

TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRO EN METALÚRGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

PRESENTA:

ING. ANTONIO DUEÑAS ABURTO

ASESOR:

DR. HÉCTOR GUILLERMO CARREÓN GARCIDUEÑAS

CO-ASESOR:

DR. ALBERTO RUIZ MARINES

Morelia, Michoacán, Julio 2015

Índice

Contenido	Pag.
Índice	i
Índice de Figuras.	ii
Índice de Tablas.....	vi
Resumen	9
Abstract.....	10
1. Introducción.....	11
1.1 Justificación.	13
1.2 Objetivo general.....	14
1.3 Objetivos particulares	14
1.4 Hipótesis	14
2. Revisión y discusión del Estado del Arte	15
2.1 Estructuras y fases de Ti-6Al-4V.....	15
2.1.1 Estructura laminar	16
2.1.2 Estructura equiaxial.....	17
2.1.3 Estructura bimodal	17
2.1.4 Tratamientos térmicos del Ti-6Al-4V	17
2.1.5 Tratamiento térmico de envejecimiento.....	18
2.2 Técnica de ultrasonido	20
2.2.1 Modos o tipos de ondas.....	22
2.2.2 Velocidad ultrasónica.....	24
2.2.3 Impedancia acústica.	25
2.2.3.1 Birrefringencia.	26
2.2.4 Atenuación ultrasónica.....	27
2.5 Termoelectricidad	38
2.5.1 Difusión de portadores de carga.....	40
2.5.2 Efecto Seebeck	42
2.5.3 Técnica de potencial termoeléctrico.....	44

2.6 Revisión del estado del arte.	47
3. Desarrollo experimental	56
3.1 Diagrama de actividades	56
3.2 Equipos e instrumentos	59
4. Análisis y discusión de resultados	61
4.1 Microscopía óptica.....	61
4.2 Microscopía electrónica de barrido.....	65
4.3 Técnicas de ultrasonido	71
4.3.1 Velocidad longitudinal	71
4.3.2 Atenuación ultrasónica.	72
4.4 Mediciones de potencial termoeléctrico. (PTE).....	79
4.4.1 Método de punta caliente	79
4.4.2 Procedimiento de calibración para las mediciones realizadas con la punta de cobre (Cu).....	79
4.4.3 Método de punta caliente (punta de cobre).	81
4.5 Microdureza Vickers.....	83
4.6 Velocidad transversal o de corte	84
4.7 Trabajo futuro	86
5. Conclusiones.	87
6. Referencias	88

Índice de Figuras.

Figura 1. 1 Esquema de diagrama de fase ternario de Ti-6Al-V [1].	11
Figura 1. 2 Diagrama de fase ternario de la aleación Ti-6Al-4V [12].....	13
Figura 2. 1 Tratamientos térmicos de Ti-6Al-4V a diferente velocidad de enfriamiento y diferente temperatura[1].	15
Figura 2. 2 Diagramas de fases del titanio, (a) estabilizador α ; (b) y (c) estabilizadores β , (d) con elementos neutros [15].	16

Figura 2. 3 Tratamiento termo mecánico de aleaciones de titanio[1].	16
Figura 2. 4 Precipitado coherente con relación entre la estructura de la matriz.	19
Figura 2. 5 Parámetros de la onda ultrasónica.	22
Figura 2. 6 a) Ondas longitudinales, b) ondas de corte	22
Figura 2. 7 Técnicas de inspección ultrasónica.	24
Figura 2. 8 Separación de la señal en los componentes de modo rápido y lento.	26
Figura 2. 9 Modelo de granos no homogéneos.	30
Figura 2. 10 . Pérdida por difracción para un transductor circular de ondas longitudinales en un medio anisotrópico, donde un material isotrópico corresponde a un valor de $b=0$. [25]	33
Figura 2. 11 Configuración de un transductor con retardo, donde se aprecian la trayectoria de los ecos A, B y C de la onda.	33
Figura 2. 12 Flujo de procesamiento de las señales ultrasónicas para la determinación del coeficiente de atenuación. a) señal rf, b) Espectro de frecuencia para las señales ultrasónicas. [26]	34
Figura 2. 13 Configuración de los ecos A, B y C de acuerdo a la diferencia de impedancias de las interfaces.	35
Figura 2. 14 Esquema del efecto Seebeck.	39
Figura 2. 15 Coeficientes Seebeck absolutos en función de la temperatura, para distintos materiales usados comúnmente en la construcción de termopares.	40
Figura 2. 16 Esquema de PTE absoluto, S_d = PTE componente de difusión de electrón, S_g = PTE componente fonón/electrón. Θ = temperatura de Debye.	42
Figura 2. 17 Efecto Seebeck. Gradiente de temperatura en un conductor.	43
Figura 2. 18 Diagrama esquemático de la unión doble en la que se muestra el efecto Seebeck.	45

Figura 2. 19 Diagrama esquemático del equipo de punta caliente.	46
Figura 2. 20 Gradiente térmico en equipo de PTE de punta caliente.	46
Figura 2. 21 Imágenes de microscopio óptico de las estructuras sin envejecer (a, b, c) y sobre envejecidas (d, e, f) respectivamente de las microestructuras laminar, equiaxial y bimodal.[5]	48
Figura 2. 22 Partículas α_2 distribuidas en la fase α en las tres microestructuras: (a) laminar, (b) equiaxial y (c) bimodal[5].....	48
Figura 2. 23 Relación de fases microestructurales con velocidad ultrasónica.[34].....	50
Figura 2. 24 Relación de fases microestructurales con el módulo de Young[34]	50
Figura 2. 25 Variación del coeficiente de atenuación [34].....	51
Figura 2. 26 Variación de la velocidad ultrasónica con respecto al tamaño de grano[34] ...	51
Figura 2. 27 Arreglo de laboratorio para mediciones de textura usando una onda de corte para birrefringencia.[36].....	52
Figura 2. 28 . Coeficiente de atenuación como función de la frecuencia con diferente tiempo de permanencia de acero inoxidable dúplex 2205, (a) 900 °C, (b) 700 °C.[36]	53
Figura 2. 29 Resultados de la velocidad de la onda de corte en función al tiempo de envejecido.[36]	53
Figura 2. 30 Ejemplificación de cruces positivos usando para mediciones de tiempo.[36].	53
Figura 2. 31 Variación del tamaño de grano, así como la atenuación ultrasónica que presentan las diferentes muestras.[37].....	54
Figura 2. 32 a) Variación del PTE, b) Fracción de volumen de carburos, c) Diámetro de tamaño de grano austenítico, d) Relación de volumen de austenita retenida y durezas para las diferentes temperaturas de austenización[30].	55

Figura 3. 1 Tratamiento térmico para la obtención de la estructura laminar.....	58
Figura 3. 2 Tratamiento térmico para la obtención de la estructura equiaxial.	58
Figura 3. 3 Tratamiento térmico para la obtención de la estructura bimodal.....	59
Figura 3. 4a. Arreglo de transductor con buffer integrado	59
Figura 3. 5b. Arreglo para mediciones ultrasónicas por medio de inmersión.....	60
Figura 4. 1 Micrografías de la microestructura obtenida del tratamiento térmico para a) estructura laminar a 100x, b) estructura equiaxial a 500x.....	61
Figura 4. 2 Micrografías de la microestructura bimodal obtenida del tratamiento térmico.	62
Figura 4. 3 Evolución de microestructura acicular a 575°C a 200x, a) 2 hrs, b) 16 hrs c) 576 hrs. Escala 50 µm.....	62
Figura 4. 4 . Evolución de microestructura equiaxial a 575°C a 200x, a) 2 hrs, b) 16 hrs c) 576 hrs. Escala 50 µm.....	63
Figura 4. 5 Evolución de microestructura bimodal a 575°C a 1000x, a) 2 hrs, b) 100 hrs c) 576 hrs.	64
Figura 4. 6 Microestructura laminar, zona $\alpha+\beta$	65
Figura 4. 7 Microestructuras laminares a) 2 hrs, c) 16 hrs, e) 576 hrs a 10,000X y b) 2 hrs, d) 16 hrs y f) a 576 hrs a 30,000X.....	67
Figura 4. 8 Microestructura equiaxial 5,000X.....	68
Figura 4. 9 Microestructuras equiaxiales a) 2 hrs, b) 16 hrs, c) 576 hrs a 30,000X.....	68
Figura 4. 10 Tamaño de partícula α_2 contra el tiempo de envejecido a 575°C a) estructura laminar, b) estructura equiaxial.[38].....	69

Figura 4. 11 Microestructuras bimodales a) 0.5 hrs, c) 100 hrs, e) 576 hrs a 5,000X y b) 2 0.5, d) 100 hrs y f) a 576 hrs a 10,000X.....	70
Figura 4. 12 Velocidades ultrasónicas longitudinales para las microestructuras laminar, equiaxial y bimodal a temperatura de envejecimiento de 575°C.	72
Figura 4. 13 Porcentaje de la fase α en la microestructura bimodal.	72
Figura 4. 14 Gráficas de atenuación contra frecuencia de las microestructuras laminares envejecidas a) 575°C, c) 545°C, e) 515°C, y equiaxiales envejecidas b) 575°C, d) 545°C, f) 515°C.....	74
Figura 4. 15 Pérdida por dispersión (S) y absorción (A) con respecto a la frecuencia para una microestructura laminar.	77
Figura 4. 16 Pérdida por dispersión (S) y absorción (A) con respecto a la frecuencia para una microestructura equiaxial.....	78
Figura 4. 17 Gráfico de calibración de Ti-6Al-4V con punta de cobre.....	81
Figura 4. 18 PTE con método de punta caliente (punta de cobre) de microestructura laminar, equiaxial y bimodal.	82
Figura 4. 19 Microdureza Vickers.....	83
Figura 4. 20 Velocidad transversal de microestructura bimodal.	84
Figura 4. 21 Factor de anisotropía en función del tiempo de envejecido.	85

Índice de Tablas.

Tabla 1.1 Propiedades mecánicas de Ti-6Al-4V [1].	11
Tabla 2. 1 .Signos correspondientes a cada eco para la impedancia relativa en el retardador y el espécimen en método de atenuación con retardador o buffer.....	35

Tabla 2. 2 Microestructuras y tratamientos térmicos de las muestras[34]	49
Tabla 3. 1 Composición en porcentaje de la aleación Ti-6Al-4V	57
Tabla 4. 1 Constantes C1, C2 y C3 en microestructuras equiaxial y laminar.	76
Tabla 4. 2 Potencial termoeléctrico absoluto.....	79
Tabla 4. 3 Mediciones de PTE para calibración de equipo.	80

Resumen

La aleación Ti-6Al-4V es ampliamente usada en la rama de la construcción aeronáutica y biomateriales, ya que más del 50 % de las aleaciones de titanio son de esta composición. Cuando la aleación Ti-6Al-4V es envejecida en un rango de temperatura entre 500-600 °C, nanopartículas de fase α_2 (Ti₃Al) pueden precipitar homogéneamente dentro de la fase α .

Esta precipitación conduce a incrementar las propiedades mecánicas. Y la forma de determinarlos mediante la técnica de ultrasonido es ampliamente usada, ya que se puede caracterizar la estructura interna de los materiales, la interacción de la señal ultrasónica con la microestructura puede ser evaluado con respecto a los cambios de velocidad ultrasónica y la pérdida de amplitud o atenuación. Los factores que afectan la velocidad son la densidad y las constantes elásticas del material. En forma general, la atenuación es la pérdida de la amplitud de la señal ultrasónica al incrementarse la distancia de propagación de la onda.

En el caso particular de este trabajo, la aleación fue envejecida a 575°C con tiempos de permanencia que fueron desde 0.5 hrs hasta 24 días, caracterizando las microestructuras, en este caso se encontraron microestructuras equiaxial, laminar y por último bimodal por diferentes técnicas no destructivas. Dentro de estas técnicas se utilizaron ondas longitudinales y de corte para medir la velocidad ultrasónica. Para la atenuación ultrasónica fue utilizada la técnica de contacto con buffer. Además, se realizaron mediciones de potencial termoeléctrico (PTE) y tratamiento de imágenes por microscopía electrónica de barrido (MEB), microscopía óptica (MO) asimismo se utilizó la medición microdureza Vickers.

Se pudo observar que los resultados obtenidos mediante la técnica de potencial termoeléctrico (PTE) mostraron una tendencia clara con forme al tiempo de envejecido, no así para las técnicas ultrasónicas, observándose que la atenuación ultrasónica es mayormente afectada por la microestructura que por la cantidad de precipitados de la fase α_2 (Ti₃Al).

Abstract

The Ti-6Al-4V alloy is widely used in the field of aeronautics and bio construction, because over 50% of titanium alloys are of this composition. When the Ti-6Al-4V alloy is aged in a temperature range between 500-600 °C, α_2 phase nanoparticles (Ti_3Al) may precipitate homogeneously in the α phase.

This precipitation leads to increase mechanical properties. And how to determine them by ultrasound technique is widely used, it can be characterized as the internal structure of materials, the interaction of the ultrasonic signal with the microstructure can be evaluated with respect to changes in ultrasonic velocity and amplitude loss or attenuation. Factors affecting the speed and density are the elastic constants of the material. In general, attenuation loss is the amplitude of the ultrasonic signal with increasing distance of propagation of the wave.

In the case of this work, the alloy was aged at 575 °C with residence times that ranged from 0.5 hours to 24 days, characterizing the microstructures, in this case equiaxed microstructures were found, laminar and finally bimodal different techniques not destructive. Among these techniques longitudinal and shear waves are used for measuring the ultrasonic velocity. For ultrasonic attenuation was used the technique of contact with buffer. Furthermore, measurements of thermoelectric power (TEP) and imaging by scanning electron microscopy (SEM), optical microscopy (OM) likewise Vickers microhardness measurement were performed was used.

It was observed that the results obtained by the technique of thermoelectric power (TEP) showed a clear tendency to form the aging time, not for ultrasonic techniques, observing that the ultrasonic attenuation is largely affected by the microstructure by the amount of α_2 phase precipitates (Ti_3Al).

1. Introducción.

El titanio es el cuarto metal estructural más abundante en la Tierra, situándose como un metal ligero con una densidad de 4.51g/cm³. Por lo general las aleaciones de titanio se clasifican en alfa (α), alfa + beta ($\alpha+\beta$) y beta (β). Entre las aleaciones $\alpha+\beta$, como se observa en la Figura 1.1, la aleación Ti-6Al-4V es ampliamente usada hoy en día, ya que más del 50 % de las aleaciones son de esta composición. Su éxito se debe a su buen balance en las propiedades mecánicas que se muestran en la Tabla 1.1, así como su gran resistencia a la corrosión, por lo que es ampliamente utilizado en diversas aplicaciones. Otra razón por la que es muy recurrida dicha aleación se debe a que actualmente es la más estudiada y caracterizada[1].

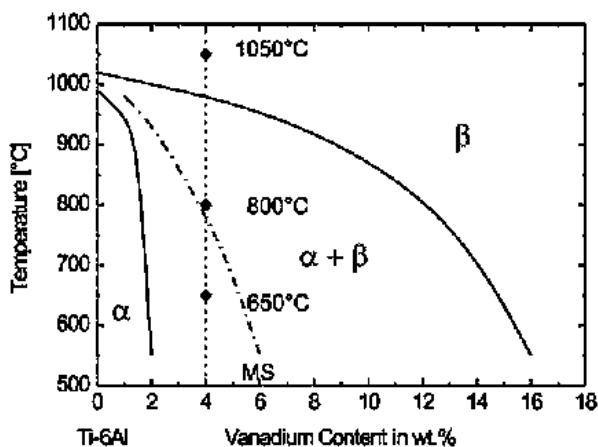


Figura 1. 1 Esquema de diagrama de fase ternario de Ti-6Al-V [1].

Tabla 1.1 Propiedades mecánicas de Ti-6Al-4V [1].

Aleación	Ti-64
T _{β} [°C]	995
Dureza [HV]	300-400
Módulo de Young E [GPa]	110-140
Esfuerzo de fluencia YS [MPa]	800-1100
Esfuerzo de tensión TS [MPa]	900-1200
% de elongación %El	13-16

La aleación Ti-6Al-4V es la más aplicable de las aleaciones de titanio, debido a sus múltiples beneficios. Esta aleación puede ser tratada con calor para aumentar su fuerza, puede ser utilizada en temperaturas de operación por arriba de los 300 °C, ofreciendo también una gran resistencia mecánica con un peso ligero y una alta resistencia a la corrosión, lo que lo hace ideal en aplicaciones tales como: [2, 3]

- Turbinas de aviones
- Componentes de motor
- Partes estructurales de aeronaves
- Aplicaciones marinas
- Partes biomédicas

Cuando la aleación Ti-6Al-4V es sobre envejecida en un rango de temperatura entre 500-600 °C, nanopartículas de fase α_2 (Ti₃Al) pueden precipitar homogéneamente dentro en la fase α , esto se puede apreciar en la Figura 1.2. Esta precipitación conduce a incrementar las propiedades mecánicas [4],

El *Aluminio* en esta aleación juega el papel de incrementar la temperatura de transformación α/β y forma una región donde coexisten las fases α y α_2 en el diagrama de fases ya que funciona como un elemento estabilizador de α . El tamaño y el esparcimiento de las partículas de la fase α_2 se ven afectadas por la temperatura de envejecido, el tiempo y la concentración de Al[4, 5].

La caracterización de las propiedades de los materiales a través de ensayos no destructivos (END) asume un papel cada vez más importante, especialmente en la industria, ya que puede utilizarse para controlar componentes durante el proceso de fabricación, así como durante el funcionamiento del mismo. La técnica de ultrasonido es ampliamente usada, puesto que se puede caracterizar la estructura interna de los materiales, la interacción de la señal ultrasónica con la microestructura puede ser evaluado con respecto a los cambios de velocidad ultrasónica y la pérdida de amplitud o atenuación[6-10].

Algunas propiedades de los materiales tales como el módulo de Young (E), el módulo de Bulk (K), el módulo de corte (G), la relación de Poisson (μ) y la densidad (ρ) pueden ser evaluadas mediante técnicas no destructivas estándar. Dos constantes cualesquiera pueden ser tratadas como independientes una de otra y las restantes pueden ser derivadas de estas dos constantes. Sin embargo, algunas propiedades mecánicas como la dureza y la resistencia no pueden ser determinadas a partir de E, K, G, μ y ρ . Estas propiedades dependen en un mayor porcentaje de la microestructura del material (tamaño de grano, orientación del grano). La dureza del material y su resistencia puede ser cambiada mediante tratamientos térmicos que alteren su microestructura[11].

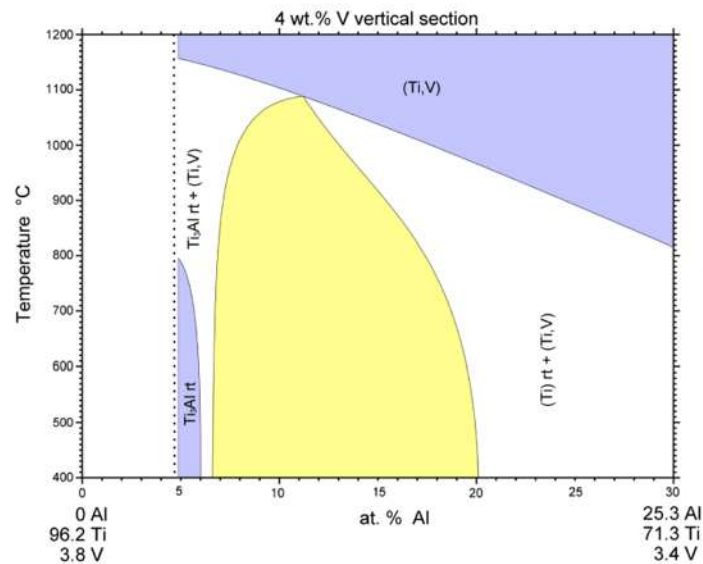


Figura 1. 2 Diagrama de fase ternario de la aleación Ti-6Al-4V [12].

1.1 Justificación.

Al aplicarle un tratamiento de envejecido a la aleación Ti-6Al-4V, podemos obtener precipitados de α_2 dentro de la fase α , teniendo como resultado el incremento de las propiedades mecánicas que presenta este material. Este cambio en las propiedades puede ser analizado por técnicas no destructivas. Entre las ventajas más importantes de las técnicas no destructivas podemos referir que las piezas examinadas no se alteran físicamente ni en composición, las piezas pueden ser caracterizadas superficial o volumétricamente, las piezas pueden ser analizadas durante servicio, entre otras[13].

1.2 Objetivo general

Caracterizar mediante ondas ultrasónicas la evolución de la microestructura resultante del tratamiento térmico de envejecido en la aleación Ti-6Al-4V con las ventajas que ofrecen los ensayos no destructivos

1.3 Objetivos particulares

- Obtener mediante tratamientos térmicos una microestructura bimodal en una aleación Ti-6Al-4V para posteriormente realizar un tratamiento de envejecido para formar nanoprecipitados de α_2 (Ti_3Al) dentro de la fase α .
- Reportar los datos resultantes realizados por medio de END, en este caso mediante la medición de la atenuación ultrasónica en una microestructura bimodal, así como también de las microestructuras equiaxial y acicular.
- Reportar resultados de las mediciones de velocidad ultrasónica de las tres microestructuras y relacionarlo con los precipitados de α_2 obtenidos por medio del tratamiento de envejecido.
- Reportar los datos experimentales del potencial termoeléctrico y relacionarlos con el cambio de la microestructura así como la presencia de precipitados en la aleación.
- Relacionar los precipitados de α_2 con el tiempo de permanencia del tratamiento de envejecido, así como el cambio de las propiedades en cada microestructura.

1.4 Hipótesis

La aleación Ti-6Al-4V al ser envejecida, precipitarán partículas de la fase α_2 (Ti_3Al), con diferentes fracciones volumétricas en función del tiempo y temperatura de envejecimiento, al ser la fase α_2 un intermetálico, con propiedades diferentes de la fase α (hcp) y β (bcc), modificará las características intrínsecas del material. Estos cambios microestructurales afectarán las variables ultrasónicas de velocidad y atenuación. Los datos experimentales de estas mediciones, podrían relacionarse directamente con los cambios en las propiedades mecánicas de la aleación Ti-6Al-4V tratada térmicamente.

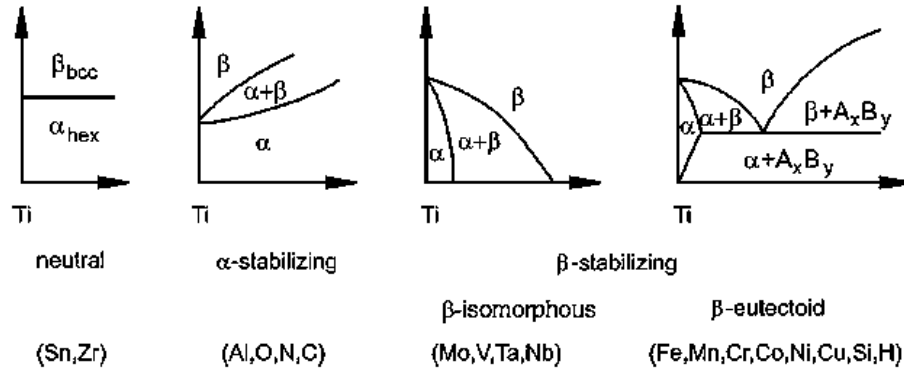


Figura 2. 2 Diagramas de fases del titanio, (a) estabilizador α ; (b) y (c) estabilizadores β , (d) con elementos neutros [15].

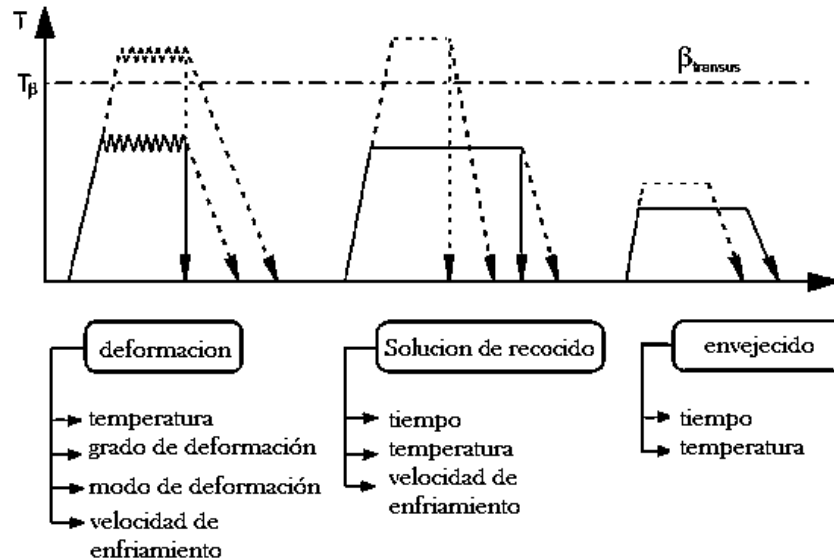


Figura 2. 3 Tratamiento termo mecánico de aleaciones de titanio[1].

2.1.1 Estructura laminar

Estas pueden ser controladas bajo tratamientos térmicos. Los enfriamientos lentos en la zona bifásica desde una temperatura ligeramente por encima de la temperatura de transformación β , conlleva una nucleación y crecimiento de la fase α en forma de plato, desde las fronteras de la fase β . El resultado es una estructura laminar ligeramente burda,

regularmente referida como α laminar. Los enfriamientos al aire resultan en una estructura alfa acicular fina. Las velocidades de enfriamiento intermedias desarrollan una estructura Widmanstätten. Mientras que los templados en agua desde el campo de la fase β , seguidos por un recocido en la zona ($\alpha+\beta$) forman una estructura laminar mucho más fina. Los templados desde temperaturas superiores a los 900°C, resultan en una estructura acicular hcp martensítica (α'), mientras que templados desde los 750 a 900°C producen una estructura ortorrómbica martensítica (α'')[1, 16, 17].

2.1.2 Estructura equiaxial

Estas son obtenidas por medio de una gran deformación de trabajado mecánico (>75%) en el material en la zona bifásica $\alpha+\beta$, donde el rompimiento laminar de α la convierte en α equiaxial, (dependiendo del procedimiento de deformación). Subsecuentemente un recocido a 700°C produce una microestructura equiaxial recocida, la cual produce una estructura que es muy dependiente del trabajado previo. Unas estructuras equiaxiales más reproducibles son obtenidas por recocido de recristalización de 4 horas a 925°C seguido por un enfriamiento lento. El resultado es una estructura ligeramente burda con tamaños de grano α de aproximadamente 15-20 μm . [1, 16, 17].

2.1.3 Estructura bimodal

Este consiste en granos primarios de α aislados en una matriz β transformada. Estas estructuras se obtienen de mejor forma por un recocido de 1 hora a 955°C seguidas por un templado en agua, y envejecido a 600°C. Resultando en granos primarios de α con tamaño de 15-20 μm . Los envejecimientos por debajo de 650°C también pueden producir precipitados de α en β templada previamente [1, 16, 17].

2.1.4 Tratamientos térmicos del Ti-6Al-4V

Las aleaciones de titanio pueden ser tratadas térmicamente para:

- Reducir los esfuerzos residuales desarrollados durante la fabricación (relevado de esfuerzos).

- Producir una combinación óptima de ductilidad, maquinabilidad y estabilidad estructural y dimensional (recocido).
- Incrementar su resistencia mecánica (solubilizado y envejecido).
- Modificar la microestructura
- Optimizar propiedades especiales como resistencia a la fractura, fatiga, y alta resistencia a la propagación de grietas.

2.1.5 Tratamiento térmico de envejecimiento

No todas las aleaciones pueden ser endurecidas por envejecimiento. Deben satisfacerse cuatro condiciones para que una aleación tenga una respuesta de endurecimiento por envejecimiento durante el tratamiento térmico:

1. El sistema de la aleación debe mostrar un decremento en la solubilidad sólida al reducirse la temperatura. En otras palabras, la aleación debe formar una sola fase al ser calentada por arriba del solvus y después pasar a una región de dos fases durante el enfriamiento.
2. La matriz deberá ser relativamente blanda y dúctil; el precipitado, duro y frágil. En la mayoría de las aleaciones endurecibles por envejecimiento, el precipitado es un compuesto intermetálico duro y frágil.
3. La aleación debe poder templarse. Algunas aleaciones no pueden enfriarse con rapidez suficiente para suprimir la formación del precipitado. El templado puede, sin embargo, introducir esfuerzos residuales que causan la distorsión en la pieza. Para minimizar esfuerzos residuales, las aleaciones de aluminio se templean en agua caliente a aproximadamente 80° C.
4. Debe formarse un precipitado coherente.

El endurecimiento por envejecimiento o endurecimiento por precipitación es producida por consecuencia de transformaciones de fase que dejan una dispersión uniforme a nano escala, los precipitados coherentes en una matriz más dúctil, generan una interrupción generalizada

en la estructura de la matriz del cristal y el movimiento de las dislocaciones es impedido incluso si la dislocación pasa cerca del precipitado, como se observa en la Figura 2.4. El envejecimiento es probablemente uno de los primeros ejemplos de materiales nanoestructurados que tienen grandes aplicaciones.

Una de las mayores ventajas del endurecimiento por precipitación es que puede ser usado para incrementar la resistencia a la tensión de materiales metálicos sin crear cambios significativos de densidades. Por otra parte, una de las desventajas de estos materiales es que las aleaciones endurecidas por envejecimiento pueden ser solo usadas dentro de un límite de temperaturas, a mayores temperaturas, los precipitados formados empezarán a crecer y eventualmente se disolverán.

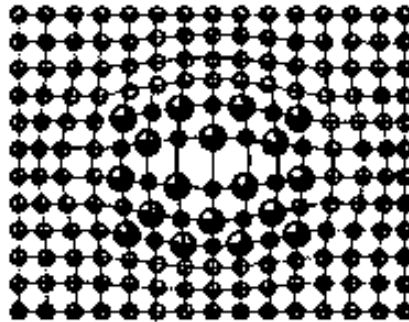


Figura 2. 4 Precipitado coherente con relación entre la estructura de la matriz

Los pasos a seguir para la precipitación de segundas fases por envejecimiento son las siguientes:

1. Solubilizado: en esta etapa se incrementa la temperatura donde la fase matriz puede adquirir más soluto, incrementando el porcentaje del mismo hasta los valores deseados para la posterior precipitación de la segunda fase, y se mantiene a esa temperatura hasta llegar al equilibrio, homogenizando sitios de soluto segregado.
2. Después del solubilizado se temple la aleación a velocidades de enfriamiento altas, evitando que los átomos tengan tiempo de difundir, después del templado, queda una solución sobresaturada de la matriz donde deseamos precipitar la segunda fase, esta solución se encuentra fuera del equilibrio.

3. Se hace el envejecido, aquí la fase sobresaturada se calienta por debajo de la temperatura de solvus, a esta temperatura los átomos difunden solo distancias cortas, los átomos de soluto difunden a numerosos sitios de nucleación y los precipitados comienzan a crecer, eventualmente si mantenemos la aleación suficiente tiempo de envejecimiento, se alcanzará el equilibrio, esta fase formada de una forma ultra fina dispersa uniformemente, precipitando así partículas de segundas fases [18].

En el caso particular de la aleación de Ti-6Al-4V, es envejecida en el rango de 500 a 600°C, donde pueden precipitar nano partículas homogéneamente distribuidas de α_2 (Ti₃Al) dentro de la fase α , lo que conduce a una mejora adicional en las propiedades mecánicas. El Aluminio en la aleación Ti-6Al-4V incrementa la temperatura de transformación α/β y forma una región donde coexisten las fases α y α_2 en el diagrama de fases, ya que funciona como elemento estabilizador de la fase α . Y esta fase queda enriquecida en aluminio, con un porcentaje necesario para precipitar la fase α_2 en partículas muy finas, teniendo relación coherente con α durante el envejecimiento[5, 19].

Las fases intermetálicas como γ (TiAl) y α_2 (Ti₃Al) se caracterizan por las excelentes propiedades termo-físicas, que se basan principalmente en la naturaleza fuertemente ordenada de sus átomos y la unión direccional de los compuestos. Lo que involucra: un alto punto de fusión de 1460°C, baja densidad de 3.9 - 4.2 g/cm³, módulo elástico elevado, bajo coeficiente de difusión, buena estabilidad estructural, buena resistencia contra la oxidación y corrosión[1].

2.2 Técnica de ultrasonido

Las ondas ultrasónicas tienen una gran variedad de aplicaciones, entre ellas están los ensayos no destructivos. Estas pruebas ultrasónicas consisten en la propagación de ondas de baja amplitud a través del material para medir el tiempo que dura viajando en el material o el cambio de intensidad de la señal en una distancia dada. Algunas de las aplicaciones de esta técnica son medir distancias, detección de espesores así como la medición de parámetros, como pueden ser el módulo de elasticidad y el tamaño de grano que se asocia con la estructura de un material[20]. La velocidad ultrasónica es de gran interés tanto para

la ciencia así como para la ingeniería. En el caso de la ciencia, la medición de la velocidad ultrasónica puede ser utilizada para verificar teorías experimentales de laboratorio. La velocidad o el cambio de velocidad puede ser la salida de una teoría física acerca de los materiales. En ingeniería, la velocidad ultrasónica puede ser una variable que asegura la calidad o controlar un proceso. También puede ser un parámetro de control en diseño de dispositivos. En ambos casos es necesaria una medición exacta de la velocidad de la onda[21].

Las ondas ultrasónicas corresponden al margen superior de frecuencias del espectro de ondas acústicas (infrasonido, sonido y ultrasonido) cuyo límite inferior de encuentra en el entorno de los 20 KHz, valor que representa la máxima frecuencia audible del oído humano. Las ondas acústicas, y por lo tanto las ultrasónicas, son vibraciones mecánicas de las partículas del medio en que se propaga. El transductor trasmite ondas, en forma de impulso. Esta transmisión lleva a cabo como consecuencia de la vibración del cristal piezoeléctrico en contacto con la superficie de la pieza, consecuencia del impulso eléctrico aplicado a la cara del cristal, esta vibración se trasmite a las partículas de la pieza a examinar. Determinados cristales naturales (como el cuarzo) poseen la propiedad de crear cargas eléctricas cuando se ejerce una presión sobre sus caras (efecto piezoeléctrico directo). El mismo fenómeno pero inverso ocurre cuando se le aplica una carga eléctrica a una de sus caras generando vibraciones en el cristal[22].

Las ondas ultrasónicas se encuentran definidas por los siguientes parámetros básicos, mostrándose en la Figura 2.5:

- Frecuencia
- Longitud de onda
- Velocidad
- Amplitud

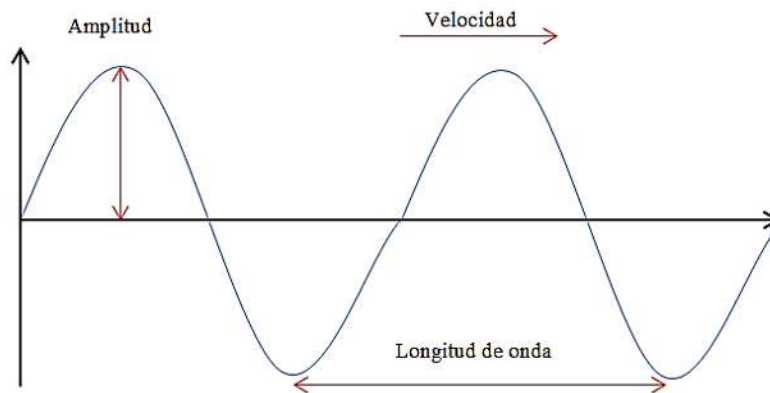


Figura 2. 5 Parámetros de la onda ultrasónica.

2.2.1 Modos o tipos de ondas

Existen diversos modos o tipos de ondas: longitudinales, transversales de superficie o de Rayleigh y por ultimo de Lamb.

Las ondas longitudinales se muestran en la Figura 2.6a se caracterizan porque los desplazamientos de las partículas son en dirección paralela a la de propagación. Las ondas longitudinales crean en el cuerpo en el que se propagan zonas de sobrepresión y refracción o depresión separadas entre sí. Estas ondas pueden propagarse a través de sólidos, líquidos y gases. Prácticamente todos los transductores de ultrasonido emiten este tipo de ondas. En las ondas transversales mostrada en la Figura 2.6b, las partículas se desplazan en dirección perpendicular a la de propagación. Solo los cuerpos sólidos pueden transmitir este tipo de onda. En este tipo de ondas la longitud de onda queda determinada por la distancia entre los planos en que las partículas están en similar estado[22].

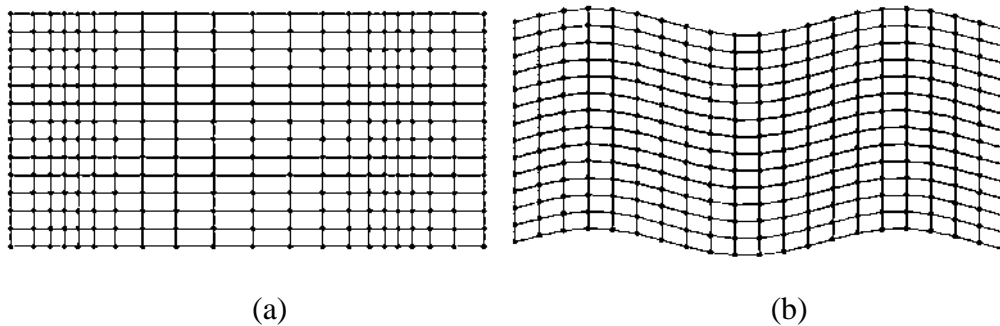


Figura 2. 6 a) Ondas longitudinales, b) ondas de corte

La velocidad de la onda longitudinal (C_L) y transversal (C_T) se pueden calcular mediante la siguiente ecuación:

$$C_L = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{1-\mu}{(1+\mu)(1-2\mu)}} \quad (1)$$

$$C_T = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{1}{2(1+\mu)}} = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (2)$$

Dónde:

- E = Módulo de elasticidad.
- ρ = Densidad del material.
- μ = Relación de Poisson.
- G = Módulo de corte.

Existen varias técnicas o métodos para la inspección ultrasónica, se muestran en la Figura 2.7:

1. Pulso-eco: donde se utiliza un solo transductor que envía y recibe el pulso (transmisor- receptor) por lo que requiere acceso a una sola superficie.
2. Transmisión: donde se requiere de un transmisor y un receptor por separado, en este caso se encuentran localizados en superficies opuestas.
3. De haz angular: este método es utilizado para la transmisión de un haz angular, de acuerdo con el ángulo de incidencia es el tipo de onda producida dentro del material.
4. De inmersión: Consiste en utilizar el agua como medio de acoplamiento acústico entre el transductor y la pieza a examinar, que a diferencia de las técnicas tradicionales de ultrasonido por contacto, el transductor y la pieza son sumergidos total o parcialmente en un tanque con agua de tal manera que no se requiere tener contacto entre ellos, ya que la onda de ultrasonido viaja a través del agua hasta penetrar en la pieza.

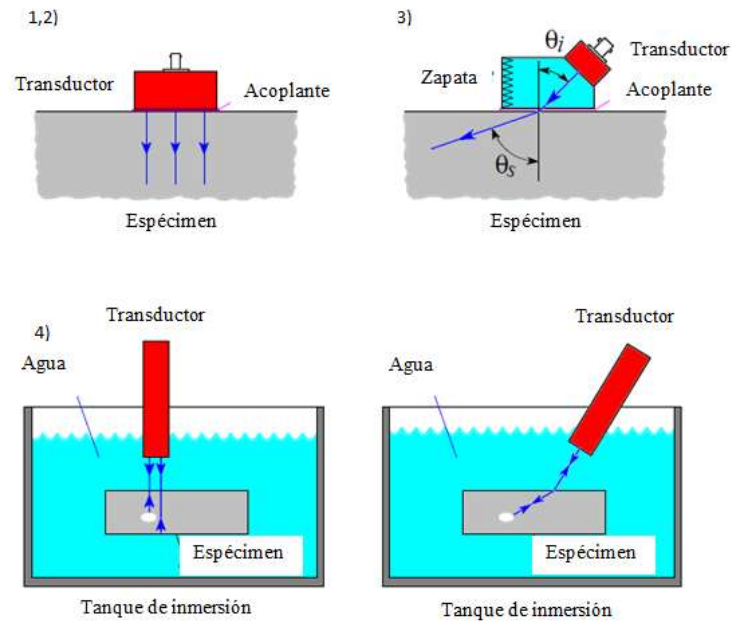


Figura 2. 7 Técnicas de inspección ultrasónica.

2.2.2 Velocidad ultrasónica.

El sonido viaja a diferentes velocidades dependiendo del metal por el cual se propague, en ultrasonido a esto se le llama velocidad del sonido en el material. Los factores que afectan la velocidad son la densidad y la elasticidad del material. Los materiales con altos módulos elásticos de Young tienen una alta velocidad del sonido, los valores altos de densidad en el material, tienen baja velocidad del sonido.

$$c = \frac{2d}{t} \quad (1)$$

Donde t es el tiempo de vuelo o cantidad de tiempo que tarda la onda en recorrer el material, d es el espesor del material inspeccionado y C es la velocidad de la onda.

Consideremos una onda plana

$$A = A_0^{(\omega t - kz)} \quad (2)$$

con frecuencia $f = \omega/2\pi$ y amplitud A_0 , viajando en la dirección z , siendo esta el espesor del material, con una constante de propagación $k = 2\pi/\lambda = 2\pi f/v$, donde λ es la longitud de onda y v es la velocidad de fase. La variable ω es la frecuencia angular (rad/s). Si expresamos la onda como monocromática y de extensión infinita, esta tiene un valor definido para v y un valor específico para k . Sin embargo, puede ser que v y k sean función de ω . Si este es el caso, existe otra velocidad u que se conoce como velocidad de grupo. Esto es esencialmente la velocidad del centroide de energía a lo largo de z de un paquete de ondas formadas por la suma integral de un espectro de ondas de diversas frecuencias. En la ecuación 2 tenemos que $A_0 = A_0(\omega)$ y $k = k(\omega)$ para satisfacer la integral. Cuando $k = k(\omega)$, al medio se le conoce como dispersivo. Entonces si $u \neq v$, podemos decir que $v = v(\omega)$. La velocidad de fase es $d\omega/dk$, que se reduce a

$$u = \frac{v}{1 - \frac{f}{v} \frac{dv}{df}} \quad (3)$$

Ambas velocidades pueden ser calculadas por el método de la onda continua que implica la medición de la fase Φ (en ciclos) contenida en la forma de la trayectoria de la onda de y_1 a y_2 cuando la frecuencia varía. El retardo de grupo (tiempo transcurrido en recorrer el centroide de y_1 a y_2) es $d\Phi/df$, la pendiente de la fase contra la frecuencia f , mientras que el retardo de la fase t_ϕ es Φ/f donde Φ es el total de ciclos desde una frecuencia cero hasta f [21].

2.2.3 Impedancia acústica.

El producto de la densidad y la velocidad de propagación del sonido se denomina impedancia acústica y se representa por:

$$Z = \rho c \quad (4)$$

Donde ρ es la densidad del material y c es la velocidad del sonido en el material. La impedancia acústica es una resistencia que se opone a la propagación de la onda. Si un medio posee una impedancia baja, sus elementos de masa vibrarán a gran velocidad, con

sólo un pequeño cambio de presión acústica; es decir el medio ofrecerá poca resistencia a las deformaciones elásticas causadas por la onda. Si por el contrario, la impedancia es elevada, sus elementos de masa vibrarán lentamente, aunque la presión acústica sea elevada, ya que el medio ofrece gran resistencia a las deformaciones elásticas. Es importante aclarar que la impedancia se opone a la vibración de los elementos de masa, pero no a la propagación de la onda. Ya que la impedancia acústica es función de dos propiedades (la densidad y la velocidad acústica), entonces es también una constante para cada material.

2.2.3.1 Birrefringencia.

Un transductor de ondas de corte puede ser usado para detectar un fenómeno conocido como birrefringencia el cual es la refracción de la propagación de una onda ultrasónica de una dirección dada en dos señales de onda de diferentes velocidades y polarizaciones ortogonales mutuas. La Figura 2.8 muestra la separación de la señal ultrasónica en dos componentes “rápido” y “lento” donde la dirección de propagación se encuentra entre las direcciones “puras” debidas a la birrefringencia.

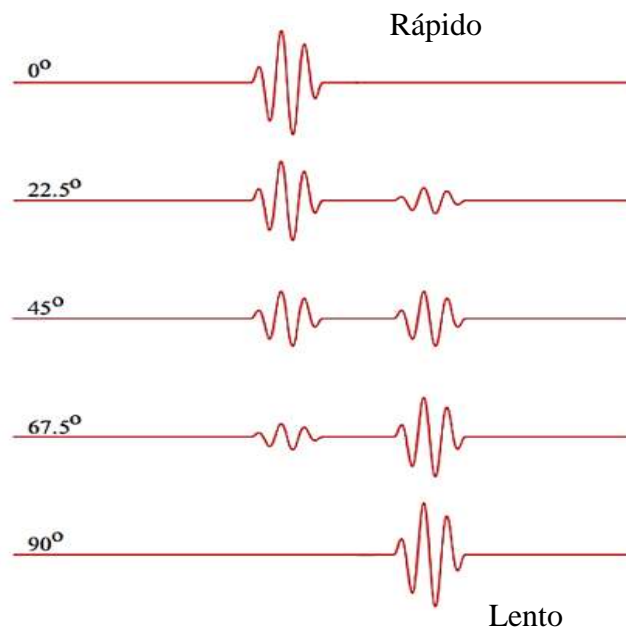


Figura 2. 8 Separación de la señal en los componentes de modo rápido y lento.

2.2.4 Atenuación ultrasónica.

La atenuación ultrasónica es la tasa de decaimiento de la radiación mecánica en la frecuencia ultrasónica que se propaga a través de un material, si se considera que una onda es posible, la descomposición de la onda se expresaría como

$$A = A_0 \exp(-\alpha z) \exp[i(\omega t - kz)] \quad (5)$$

siendo α la atenuación de la onda viajando a través de la dirección z con una constante de propagación $k = 2\pi/\lambda$ donde λ es la longitud de onda. La onda es definida como infinita y con una amplitud uniforme A en las direcciones x y y . Donde ω la frecuencia angular, siendo 2π veces la frecuencia f en Hertz.

La atenuación α es medida en nepers por unidad de longitud o decibeles por unidad de longitud. Un neper es una disminución de un factor de $\exp(-1.0)$ o $1/e$ en la amplitud, es decir, la condición donde $\alpha \cdot \Delta z$ es 1.0. El término “neper” viene de nombre Napier, el inventor del logaritmo natural con base $e = 2.71828$ [21].

En forma general, la atenuación es la pérdida de la amplitud de la señal ultrasónica al incrementarse la distancia de propagación de la onda. La pérdida es definida como el cociente de dos amplitudes y es regularmente expresada en unidades logarítmicas como el Neper o el decibel (dB)[23]:

$$L[\text{Neper}] = \ln \frac{A_1}{A_2} \quad (6)$$

$$L[\text{dB}] = 20 \log \frac{A_1}{A_2} \quad (7)$$

Donde A_1 es la amplitud de la señal sin atenuación y A_2 es la amplitud de la señal atenuada.

En algunos casos la pérdida L ocurre en forma local como resultado de una interacción de la onda con una discontinuidad del material, entre estas pérdidas están las pérdidas por reflexión y transmisión de la onda ultrasónica en las interfaces del material, pérdidas por dispersión en superficies rugosas, etc. También existen otras pérdidas, estas ocurren por las características geométricas del haz ultrasónico, las cuales cambian conforme la onda

ultrasónica se propaga, pero no son proporcionales a la distancia cubierta. Estas pérdidas están asociadas con la divergencia o ensanchamiento del haz ultrasónico. Cuando se habla estrictamente de atenuación causada por el medio, entonces limitamos el concepto de atenuación al fenómeno que causa una pérdida proporcional a la distancia de propagación, es decir que la pérdida total puede ser expresada como:

$$L = \alpha d \quad (8)$$

Donde d es la distancia de propagación y α es el coeficiente de atenuación. Entonces podemos decir que para el cálculo del coeficiente de atenuación queda de la siguiente manera:

$$\alpha = \frac{20}{d} \log \frac{A_2}{A_1} \quad (9)$$

Existen dos clases principales de mecanismo de atenuación que se deben considerar en la caracterización ultrasónica de los materiales, el primero la dispersión, es debida a que los materiales no son estrictamente homogéneos. Contienen superficies límites o entre caras pequeñas, en las que la impedancia acústica cambia bruscamente, debido a la diferente densidad o velocidad acústica de los materiales, de naturaleza, condición o estado diferente en dichas entre caras. La segunda la absorción, es una conversión directa de la energía ultrasónica en calor, de la que son responsables varios procesos. Se puede explicar la absorción, de forma elemental, como un efecto de frenado de la oscilación de las partículas lo cual explicaría también porqué una oscilación rápida pierde más energía que una lenta. La absorción aumenta generalmente con la frecuencia, pero en menor grado que la dispersión.

Generalmente, el coeficiente de atenuación se puede escribir como la suma de los componentes de absorción y de dispersión:

$$\alpha = \alpha_A + \alpha_S \quad (10)$$

Si bien la dispersión tiene mayor efecto para la mayor parte de la atenuación en algunos materiales, tales como metales y cerámicas policristalinas, la absorción es la pérdida

dominante en otros, tales como polímeros y fluidos. Por ejemplo, en agua, que se utiliza a menudo como un medio de acoplamiento en la prueba de inmersión, el coeficiente de absorción es:

$$\alpha_{agua} [dB / m] \approx 0.2 f^2 [MHz] \quad (11)$$

Donde f denota la frecuencia. La atenuación severa generalmente se produce sólo en las frecuencias altas, mientras que a bajas frecuencias, la dispersión del haz es la causa predominante de la pérdida de propagación a grandes distancias.

En los metales, la absorción es debida principalmente a la conductividad térmica de los materiales. Cuando una onda ultrasónica pasa a través del material, existe un aumento en los resultados de la temperatura en los puntos donde el material se encuentra bajo compresión. El calor fluye desde la región de alta temperatura a las regiones vecinas de temperatura más baja. Si el flujo de calor es lo suficientemente rápida, las diferencias de temperatura tienden a ser suavizado causando así una pérdida de energía en la onda ultrasónica. La contribución de la absorción causada por la conductividad térmica es proporcional al cuadrado de la frecuencia, pero su valor absoluto es generalmente despreciable en comparación con otros componentes, comparado con las pérdidas por dispersión. Sin embargo, en cristales individuales, las pérdidas térmicas pueden ser muy significativa e incluso dominando a altas frecuencias.

2.2.4.1 Atenuación inducida por dispersión

La dispersión de las ondas elásticas en sólidos se produce por la diferencias en las propiedades elásticas de punto a punto. Las diferencias en las propiedades elásticas y de densidad surgen en muchas formas de interés en la determinación de las propiedades de los sólidos. Estas diferencias se asocian con la estructura de grano policristalino, múltiples fases, precipitados, defectos cristalinos de grandes dislocaciones a muy pequeñas cuya extensión se puede medir en términos de espaciado reticular, etc. En definitiva, cualquier falta de homogeneidad pueden servir como un dispersor.

2.2.4.2 Consideraciones generales de la dispersión.

Consideremos el modelo de material se muestra en la Figura 2.9. La estructura más gruesa se obtuvo mediante la simple ampliación lineal de la más fina. La estructura gruesa se

obtuvo mediante la simple ampliación lineal de la más fina. Inspeccionar la estructura más fina en la frecuencia f_1 , donde la longitud de onda media (velocidad media por frecuencia) es λ_1 . La estructura gruesa se inspecciona a una frecuencia inferior f_2 , donde la longitud de onda media es de λ_2 . El factor de escala es:

$$\xi = \frac{d_2}{d_1} = \frac{D_2}{D_1} = \frac{\lambda_2}{\lambda_1} \quad (12)$$

Cuando se soluciona la ecuación de onda acústica para determinar las pérdidas de dispersión, cada parámetro de longitud se produce dividido por la longitud de onda acústica, por lo tanto, la solución para la estructura más fina en la frecuencia más alta es la misma que para la estructura más gruesa en la frecuencia inferior. En consecuencia, la pérdida de dispersión debe ser también el mismo en ambos casos $L1 = L2$, lo que significa que los coeficientes de atenuación también se representan con ξ :

$$\frac{\alpha_1}{\alpha_2} = \xi \quad (13)$$

La atenuación normalizada α_n se define como la atenuación de más de una longitud de onda. De acuerdo con la ecuación 12, la atenuación normalizada se determina por la relación entre tamaño y longitud de onda del dispersor:

$$\alpha_n = \lambda \alpha(D, \lambda) = \alpha_n \left(\frac{D}{\lambda} \right) \quad (14)$$

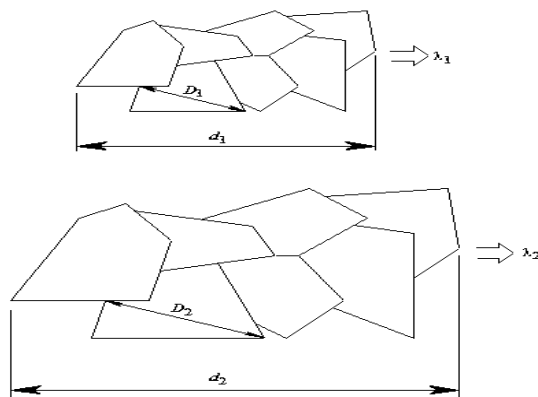


Figura 2. 9 Modelo de granos no homogéneos.

Debido a esta relación simple, la dependencia funcional del coeficiente de atenuación en la frecuencia está ligada a su dependencia funcional en el tamaño del dispersor. Generalmente, si el coeficiente de atenuación es proporcional a la potencia de orden i del tamaño de grano, debe ser proporcional a la $(i + 1)$ ésima potencia de la frecuencia:

$$\alpha(D, f) = \alpha D^i f^{i+1} \quad (15)$$

donde α es una constante determinada principalmente por el grado de la falta de homogeneidad y la naturaleza de la interacción (por ejemplo, ondas de corte u onda longitudinal, etc.). Por ejemplo, en la región de baja frecuencia llamada Rayleigh, la atenuación inducida por la dispersión de un material policristalino se puede escribir de la siguiente:

$$\alpha_{\text{Rayleigh}}(D, f) = \alpha_R D^3 f^4 \quad (16)$$

En la región intermedia llamada estocástica,

$$\alpha_{\text{estocástica}}(D, f) = \alpha_S D f^2 \quad (17)$$

Finalmente, en la región de alta frecuencia llamada geométrica,

$$\alpha_{\text{Geométrica}}(D, f) = \alpha_g D^{-1} \quad (18)$$

2.2.4.3 Dispersión inducida en materiales policristalinos.

Uno de los mecanismos de atenuación más importantes que tenemos que considerar para los propósitos prácticos de ensayos no destructivos por ultrasonido y caracterización de materiales es la atenuación inducida por la dispersión de grano de materiales policristalinos. La atenuación inducida por la dispersión aumenta monotónicamente con frecuencia a través de toda la gama de frecuencias. Aunque, es posible utilizar técnicas estadísticas generales para obtener la atenuación inducida por la dispersión como una función de la frecuencia sin ninguna hipótesis en particular en la relación de tamaño de grano y la longitud de onda, sin embargo, es mucho más sencillo considerar sólo tres regiones separadas, a saber, la región

de baja frecuencia Rayleigh, la región intermedia estocástico, y la región geométrica de alta frecuencia.

Corrección por difracción

Para la corrección por difracción consideremos un espécimen con espesor l donde el transductor recibe $2l$ por el recorrido en el cual la onda viaja de ida y vuelta, entonces el eco n llega después de haber recorrido una distancia $z = 2nl$. El transductor integra la amplitud y el perfil de las fases desarrolladas desde la cara posterior de la placa hasta llegar al transductor. La porción de la onda integrada sobre la cara del transductor tiene menor magnitud que la que pudiera tener la porción de la onda pura, esta pérdida aparente se le conoce como pérdida por difracción [24].

De acuerdo con Papadakis [25], la distancia normalizada para la pérdida de difracción se puede calcular de acuerdo a la siguiente expresión:

$$S = \frac{z\lambda}{a^2} = \frac{zc}{a^2 f} \quad (19)$$

Donde z es la distancia de propagación de la onda, λ es la longitud de onda y a es el radio del transductor, c es la velocidad y f es la frecuencia. En el espécimen con espesor l , el eco n ésimo será $2nl$, y el valor correspondiente de S será:

$$S_n = \frac{2 \ln c}{a^2 f} \quad (20)$$

En la siguiente Figura 2.10 se muestra las curvas características para los grados de anisotropía b , que puede ser usado para cristales, materiales policristalinos y compuestos. El parámetro b está en función con el módulo de elasticidad del medio de propagación, donde el valor puede ser encontrado en tablas correspondientes al material desarrolladas por Papadakis[26].

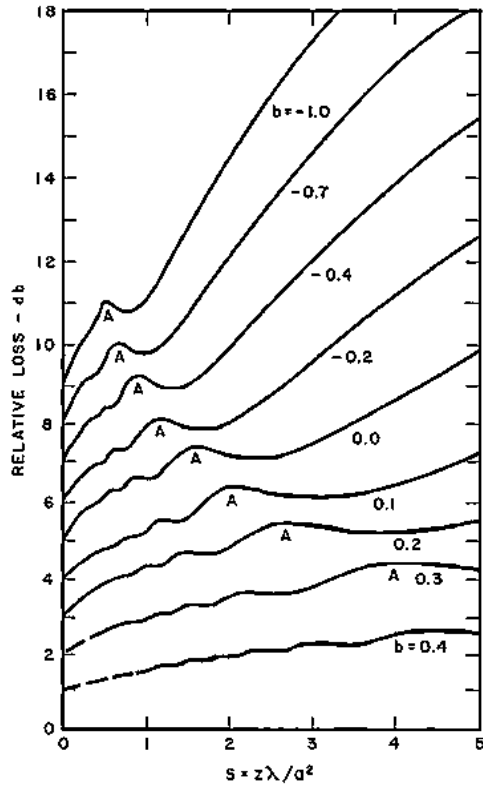


Figura 2. 10 . Pérdida por difracción para un transductor circular de ondas longitudinales en un medio anisotrópico, donde un material isotrópico corresponde a un valor de $b=0$. [25]

2.2.4.4 Cálculo de atenuación con la utilización de un transductor con buffer o retardo

Considerando un sólido homogéneo con caras paralelas y plana, con características isotrópicas en el cual una onda ultrasónica tarda tres veces más en viajar de ida y regreso que en el espécimen propuesto, a esto se le llama retardo. La configuración del transductor con retardo se puede apreciar en la siguiente Figura 2.11.

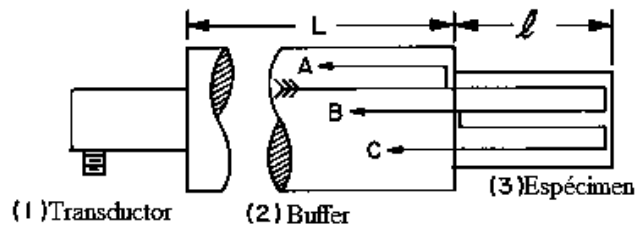


Figura 2. 11 Configuración de un transductor con retardo, donde se aprecian la trayectoria de los ecos A, B y C de la onda.

Los tres ecos A , B y C que se muestran en la figura, pueden ser usados para calcular el coeficiente de reflexión R que hay entre la interfaz el retardo y el espécimen, y el coeficiente de atenuación α en el material.

La Figura 2.12 muestra el flujo de procesamiento de una señal típica obtenida en las mediciones de atenuación ultrasónica. La pérdida de la intensidad acústica es evaluada en el dominio de la frecuencia, para la cual, las señales de la Figura 2.12(a) son analizadas mediante la transformada rápida de Fourier (FTT) dando como resultado los espectros de frecuencia, como se muestra en la Figura 2.12(b)[27].

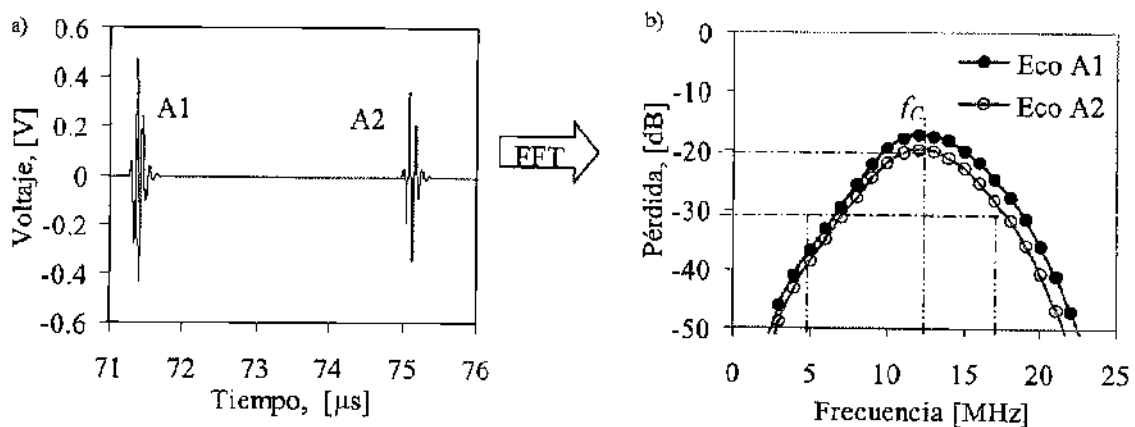


Figura 2. 12 Flujo de procesamiento de las señales ultrasónicas para la determinación del coeficiente de atenuación. a) señal rf, b) Espectro de frecuencia para las señales ultrasónicas.[26]

Para el cálculo del coeficiente R y α , las amplitudes de A , B y C se les tiene que asignar el signo correcto de acuerdo con la Tabla 2.1, como la amplitud de la onda incide sobre una interfaz, la onda reflejada se invierte en la fase si el segundo medio es mayor en impedancia que el primer medio, mientras que la fase se conserva si el segundo medio es menor. La fase de la onda transmitida es conservada. La conversión y los signos se pueden observar en la Figura 2.13.

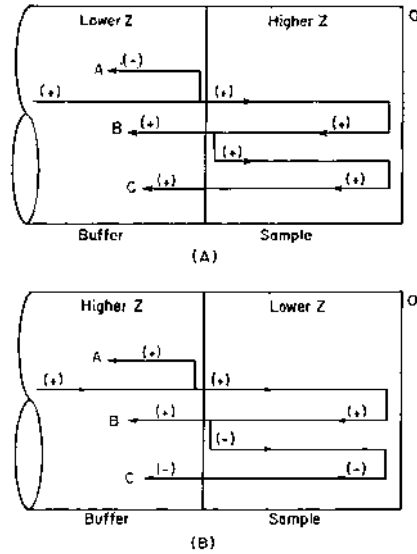


Figura 2. 13 Configuración de los ecos A, B y C de acuerdo a la diferencia de impedancias de las interfaces.

Tabla 2. 1 .Signos correspondientes a cada eco para la impedancia relativa en el retardador y el espécimen en método de atenuación con retardador o buffer.

Impedancia relativa		Signos para los ecos y R			
Buffer	espécimen	A	B	C	R
Alta	Baja	+	+	-	+
Baja	Alta	-	+	+	-

Para el cálculo del parámetro S , tenemos las siguientes fórmulas, donde para el buffer o retardador se denota con letras mayúsculas, y para el espécimen con letras minúsculas:

$$S_A = \frac{2LC}{a^2 f} \quad (21)$$

$$S_B = \frac{2LC}{a^2 f} + \frac{2lc}{a^2 f} \quad (22)$$

$$S_C = \frac{2LV}{a^2 f} + \frac{4lc}{a^2 f} \quad (23)$$

Entonces de la curva de la Figura 2.7 de la pérdida relativa contra S , los niveles de dB de la señal difractada se podrán denotar como:

$$dB_A = dB(S_A) \quad (24)$$

$$dB_B = dB(S_B) \quad (25)$$

$$dB_C = dB(S_C) \quad (26)$$

Asumiendo el retardador o buffer como un material isotrópico, el valor de $b = 0$ en la curva de pérdida contra S es usado para el término $2LC/a^2f$. Luego, si el espécimen es anisotrópico, el valor respectivo para b para la curva de pérdida contra S correspondería para los términos $2lc/a^2f$ y $4lc/a^2f$. La transmisión desde el buffer que es isotrópico hacia el espécimen que es anisotrópico debería ser con la misma fase y amplitud en el espécimen donde se había desarrollado en el buffer en el momento de la onda de entrada alcanzó esa interfaz. La distancia S en este punto sería

$$S_e = S_{Entrada} = \frac{LC}{a^2 f} \quad (27)$$

La cual debe regirse por el factor de escala

$$F = \frac{1}{1-2b} \quad (28)$$

que indica, por ejemplo, que si $b = 0.25$, entonces $F = 2.0$, de modo que el eje de abscisas en el que para entrar en la curva para $b = 0.25$ es dos veces más lejos como la distancia $Sb = LC/a^2f$ para la interfaz del buffer isotrópico.

Así mismo, para el eco B y C reingresan al buffer, los nuevos valores de S deben de ser ajustados por el factor de escala inverso

$$\frac{1}{F} = 1 - 2b \quad (29)$$

para acomodar el siguiente incremento de ruta LV/a^2f en el buffer de regreso al transductor. Teniendo los niveles de pérdida con respecto a onda plana, se puede reconstituir las

amplitudes correspondientes a la derivación de las ecuaciones 34 y 35 Las amplitudes reconstituidas se denotan por el subíndice 0 (cero) y se encuentran a partir de las definiciones

$$dB_A = 20 \log_{10} \frac{A_0}{A} \quad (30)$$

$$dB_B = 20 \log_{10} \frac{B_0}{B} \quad (31)$$

$$dB_C = 20 \log_{10} \frac{C_0}{C} \quad (32)$$

Los datos A_0 , B_0 y C_0 son relativos, entonces es necesario normalizar los valores en \hat{A} y en \hat{C} y se calculan de la siguiente manera

$$\hat{A} = \frac{A_0}{B_0} \quad (33)$$

$$\hat{C} = \frac{C_0}{B_0} \quad (34)$$

Entonces finalmente para el cálculo del coeficiente de reflexión y el coeficiente de atenuación quedaría descrito por las siguientes ecuaciones

$$R = \sqrt{\frac{\hat{A}_0 \hat{C}_0}{\left(\hat{A}_0 \hat{C}_0 - 1\right)}} \quad (35)$$

$$\alpha = \frac{\ln\left(\frac{-R}{\hat{C}_0}\right)}{2l} \quad (36)$$

En el cálculo, los signos originales de A , B y C debe ser llevado a través de los productos y cocientes. Como se observa en la Tabla 2.1, \hat{A}_0 y \hat{C}_0 son siempre de signo contrario, de

modo que $\hat{A}_0\hat{C}_0$ es siempre negativo, por lo tanto, el argumento dentro de la raíz cuadrada en la expresión para R es siempre positiva. Similarmente, el signo de R es siempre opuesto al signo de \hat{C}_0 , entonces el argumento del logaritmo en la expresión para α es siempre positivo[25].

2.5 Termoelectricidad

Es el fenómeno en el cual dos conductores eléctricos de un metal conocido se encuentran unidos por sus extremos y generan una corriente eléctrica mediante la aplicación de un diferencial de temperatura entre sus uniones, como se muestra en la Figura 2.14, lo cual genera una diferencia de potencial proporcional a la diferencia de temperatura entre la punta fría y la punta caliente, su funcionamiento se basa en el descubrimiento hecho por Seebeck T.J. en 1821, quien observó que en un circuito formado por dos conductores distintos, cuyas uniones soldadas se encuentran en medios con temperaturas distintas, aparece entre ambos una diferencia de potencial (f.e.m). Posteriormente, se demostró que esta f.e.m. proviene en realidad de dos efectos diferentes, los cuales fueron relacionados al efecto Seebeck mediante Thomson (Lord kelvin):

- EFECTO PELTIER: básicamente es el contrario del efecto Seebeck, consiste en hacer pasar una corriente procedente de una fuente de energía eléctrica continua, a través de un circuito formado por dos conductores de distinta naturaleza, obteniéndose que una de sus uniones absorbe calor y la otra lo cede.

$$\Pi = T * S_s \quad (37)$$

Donde Π es el coeficiente de Peltier, T es la temperatura absoluta y S_s es el coeficiente Seebeck

- EFECTO THOMPSON: Este consiste en la absorción o liberación de calor por parte de un conductor eléctrico, con un gradiente de temperaturas, por el cual circula una corriente eléctrica.

$$\mu = T \frac{\Delta S}{\Delta T} \quad (38)$$

En la mayoría de los casos, la suma de los efectos Peltier y Thompson es aceptable considerarla como una buena aproximación del efecto Seebeck[28-30].

Gran parte de las referencias bibliográficas sobre termopares muestran valores de voltaje en función de la temperatura. Sin embargo, existen tablas que muestran valores del coeficiente Seebeck en función de la temperatura, figura 2.15. Se define al coeficiente Seebeck como el cociente entre el voltaje generado en el termopar (ΔV) y la pequeña diferencia de temperatura (ΔT) entre sus extremos.

Para cada metal es posible determinar su coeficiente Seebeck absoluto formando una unión con un metal de referencia. Por convención, el signo de dicho coeficiente se dice positivo, si la corriente inducida fluye hacia el metal de referencia.

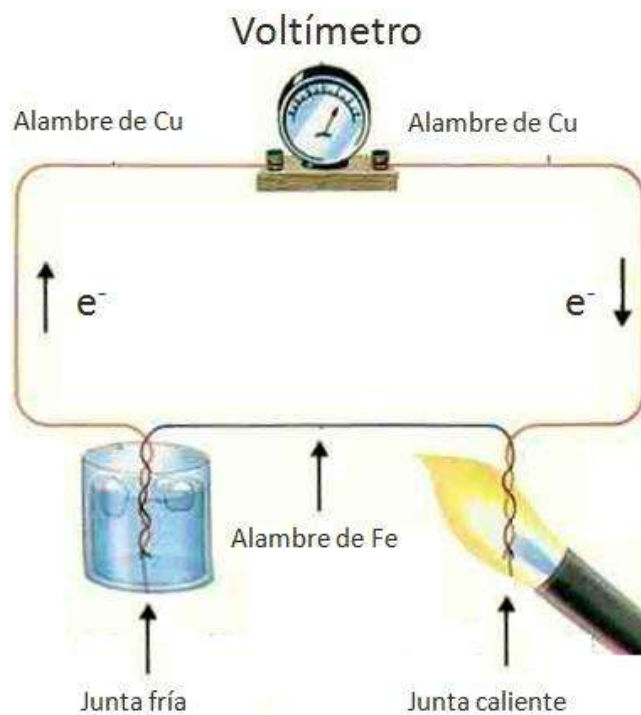


Figura 2. 14 Esquema del efecto Seebeck.

2.5.1 Difusión de portadores de carga

Los portadores de carga en los materiales (electrones en metales, electrones y huecos en los semiconductores, iones en los conductores iónicos) se difundirán cuando un extremo de un conductor está a una temperatura diferente del otro. Portadores calientes se difundirán desde el extremo caliente al extremo frío, pues hay menor densidad de portadores calientes en el extremo frío del conductor. Portadores fríos se difundirán desde el extremo frío al extremo caliente por la misma razón.

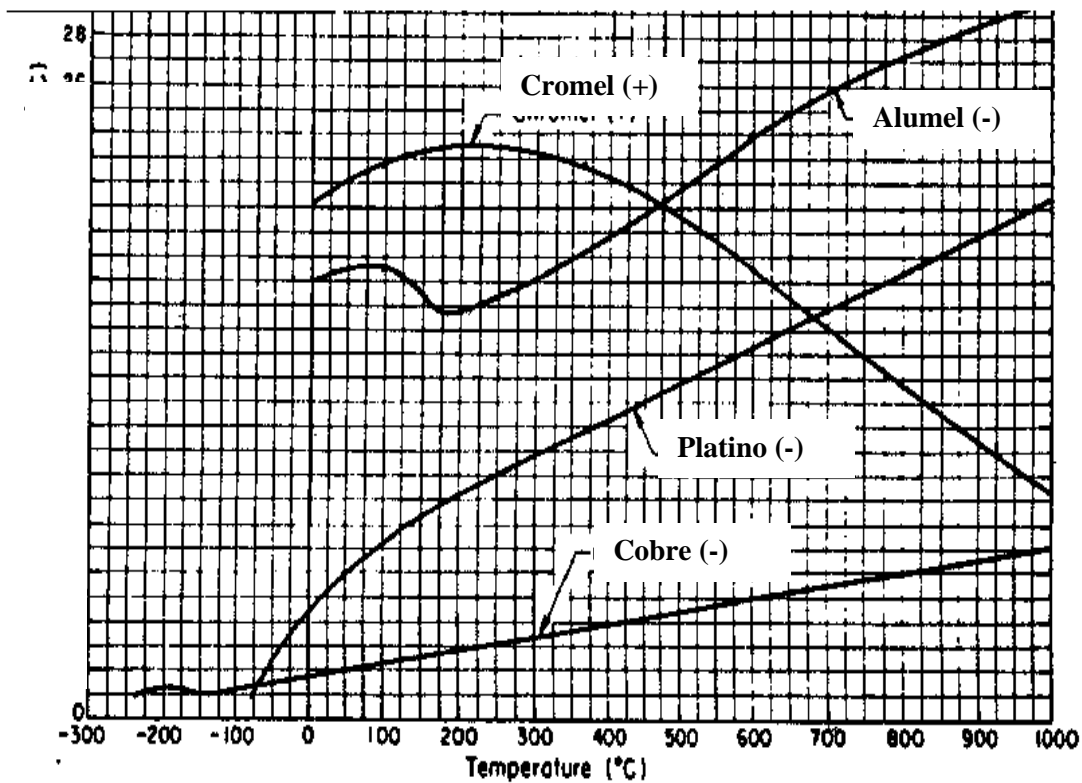


Figura 2. 15 Coeficientes Seebeck absolutos en función de la temperatura, para distintos materiales usados comúnmente en la construcción de termopares.

Si el conductor dejara alcanzar el equilibrio termodinámico, este proceso resultaría en la distribución uniforme de calor a través del conductor. El movimiento de calor (en la forma de portadores cargados) de un extremo al otro se llama corriente de calor. Así como portadores de carga moviéndose, es también una corriente eléctrica.

En un sistema donde ambos extremos se mantienen a diferencia constante de temperatura (una corriente constante de calor de un extremo a otro), existe una difusión constante de portadores. Si la razón de difusión de portadores calientes y fríos en direcciones opuestas es igual, allí no sería un cambio neto en la carga. Pero, la difusión de carga se dispersa con impurezas, imperfecciones, y vibraciones de la red cristalina (fonones). Si la dispersión depende de la energía, los portadores calientes y fríos se difundirán a razones diferentes. Esto crea una densidad mayor de portadores a un extremo del material, y la distancia entre las cargas positivas y negativas produce una diferencia de potencial; un voltaje electrostático.

Los electrones de conducción alrededor de la energía de Fermi tienen una velocidad media que solo tiene una pequeña dependencia con la temperatura. Este pequeño cambio en la velocidad media con la temperatura, es importante para entender el efecto termoeléctrico. Este campo eléctrico, sin embargo, se opone a la dispersión desigual de portadores, y se alcanza un equilibrio donde el número neto de portadores difundidos es cancelado por el número neto de portadores moviéndose en dirección opuesta desde el campo electrostático. Esto indica que el potencial termoeléctrico de un material depende grandemente de las impurezas, imperfecciones, y cambios estructurales (el cual frecuentemente varía entre ellos mismos con la temperatura y el campo eléctrico), y el potencial termoeléctrico de un material es la colección de muchos efectos diferentes[28, 30].

El potencial termoeléctrico generado en el conductor (S_s) depende principalmente de dos contribuciones la cuales son: el potencial termoeléctrico debido a la difusión de los electrones en el material (S_d) y el potencial termoeléctrico debido a la interacción fonón/electrón (S_g) (ecuación nueva). En el primer caso, el incremento en la corriente termoeléctrica es debido al flujo de electrones de la punta caliente a la punta fría los cuales tienen mayor energía térmica que los electrones en la punta fría, el cual presenta un comportamiento lineal con respecto a la temperatura, mientras que la contribución al potencial termoeléctrico debido a las ondas de Debye o fonones, que son causados por la energía que fluye a través de la red y que se presentan como vibraciones de la red cristalina interactuando significativamente con los electrones de conducción mediante colisiones, lo que ocasiona una variación en la resistencia del conductor dependiente de la temperatura, teniendo así un efecto conocido como: efecto fonón/electrón, donde estas ondas tienden a

“barrer” los electrones desde la zona caliente hacia la zona fría. El incremento en la vibración de la red corresponde a un incremento no lineal para temperaturas bajas el cual es proporcional al cubo de la temperatura (para $T \ll \theta$), hasta que el incremento en la temperatura aumenta la probabilidad de que una onda generada en la red, choque con otra onda generada, más que con un electrón de conducción, haciendo que estas ondas se anulen en un movimiento no armónico, este efecto aumenta con la temperatura haciendo que la colisiones fonón/fonón sean más frecuentes, disminuyendo la interacción entre fonón/electrón en $1/T$, desapareciendo el efecto fonón/electrón a más altas temperaturas (para $T \geq \theta$) mostrándose en la figura 2.16[28].

$$S_s(T) = S_d(T) + S_g(T) \quad (40)$$

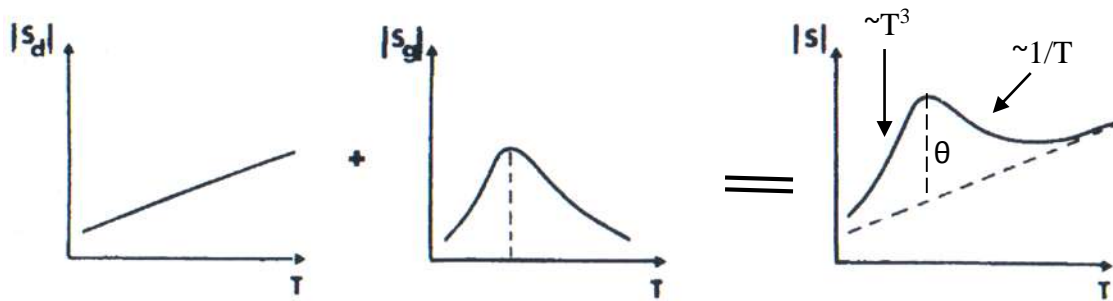


Figura 2. 16 Esquema de PTE absoluto, S_d = PTE componente de difusión de electrón, S_g = PTE componente fonón/electrón. Θ = temperatura de Debye.

2.5.2 Efecto Seebeck

Para explicar este efecto, considérese una barra de un metal que es calentada por un extremo y enfriada por el otro como se muestra en la Figura 2.17. Los electrones en la región caliente tienen mayor energía y, por lo tanto, tienen mayores velocidades que los de la región fría. Por consiguiente, hay una difusión neta de electrones del extremo caliente hacia el extremo frío, lo cual deja detrás iones metálicos positivos expuestos en la región caliente y acumulación de electrones en la región fría. Por consiguiente, se desarrolla un voltaje entre los extremos caliente y frío, donde el extremo caliente presenta el potencial

positivo. La diferencia de potencial ΔV a través de la pieza del metal debida a la diferencia de temperatura ΔT es llamada efecto Seebeck.

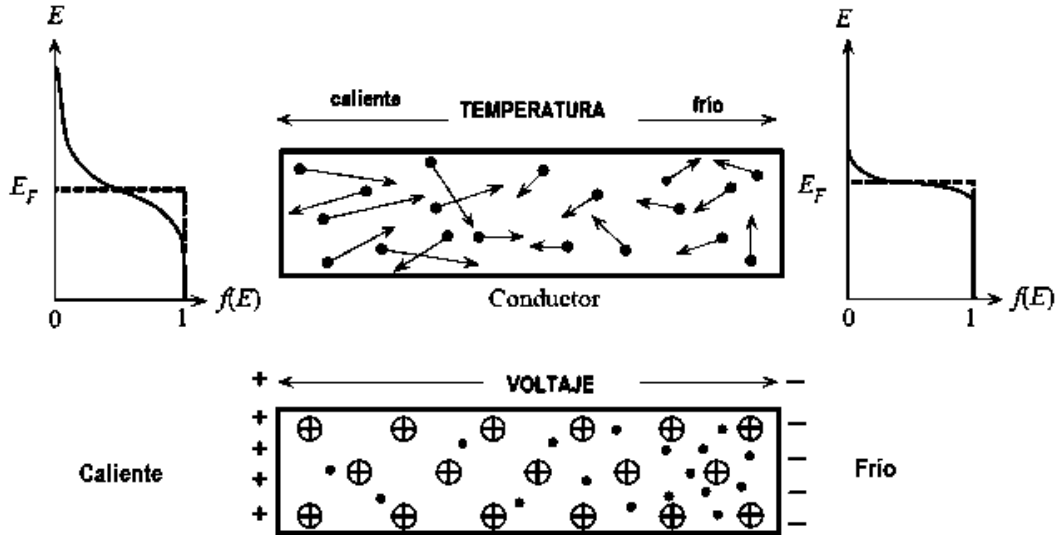


Figura 2. 17 Efecto Seebeck. Gradiente de temperatura en un conductor.

El efecto volumétrico está íntimamente relacionado con el fenómeno de termoelectricidad por la cinética de difusión de los electrones a través del material. Entonces, el coeficiente del potencial termoeléctrico está dado por la teoría de Mott-Jones expresado por la ecuación siguiente:

$$S_s = \frac{\pi^2}{3} \cdot \frac{k_B^2 T}{e} \frac{\partial}{\partial E} [\ln \sigma(E)]_{E=E_f} \quad (41)$$

Donde e , es la carga en el electrón; E es la energía en el electrón; E_f es la energía de Fermi; k_B es la constante de Boltzmann; T es la temperatura y $\sigma(E)$ es la conductividad eléctrica.

2.5.3 Técnica de potencial termoelectrico

Las técnicas termoelectricas convencionales son únicamente sensibles a variaciones intrínsecas del material, pero son básicamente insensibles a efectos geométricos externos como lo son, la forma, tamaño, y calidad de la superficie del espécimen a ser inspeccionado, esencialmente todas las técnicas termoelectricas (ensayos no destructivos) son basadas en el bien conocido efecto Seebeck que es comúnmente usado en termopares para medir la temperatura en la unión de dos materiales conductores diferentes, idealmente sin tener en cuenta la diferencia entre las temperaturas de las uniones. Solo los termopares hechos con materiales de diferentes poderes termoelectricos generarán una señal termoelectrica, esta característica única hace un simple medidor termoelectrico, uno de los más sensibles caracterizadores de materiales usados en la caracterización por técnicas no destructivas. Los efectos microestructurales del material están relacionados fuertemente por el fenómeno de la termoelectricidad, por las cinéticas de difusión de electrones a través del material. El poder termoelectrico de los metales es sensible a una variedad de propiedades del material que pueden afectar la medición. Claramente, la composición química ejerce el más fuerte de los efectos en las propiedades termoelectricas, y en consecuencia, la aplicación básica del de caracterización de materiales termoelectricos es la clasificación del metal. Sin embargo, es bien conocido que bajo condiciones especiales, los materiales de idéntica composición química pueden incluso producir un termopar eficiente como resultado de un tratamiento térmico diferente, procesos de precipitación, crecimiento de grano, restauración, endurecimiento, textura, esfuerzos residuales, fatiga, etc. Los cuales pueden ser caracterizados mediante evaluaciones no destructivas de materiales [28, 31-33].

Se consideran dos materiales diferentes A y B, observándose en la Figura 2.18, conectados por los extremos 1 y 2, si se mantienen estas dos uniones a temperaturas diferentes T_1 y T_2 , circulará un voltaje termoelectrico en el circuito, este voltaje es proporcional a la diferencia de temperatura $\Delta T = T_1 - T_2$ entre las dos uniones. El potencial termoelectrico S_{AB} del metal A es relativo al metal B.

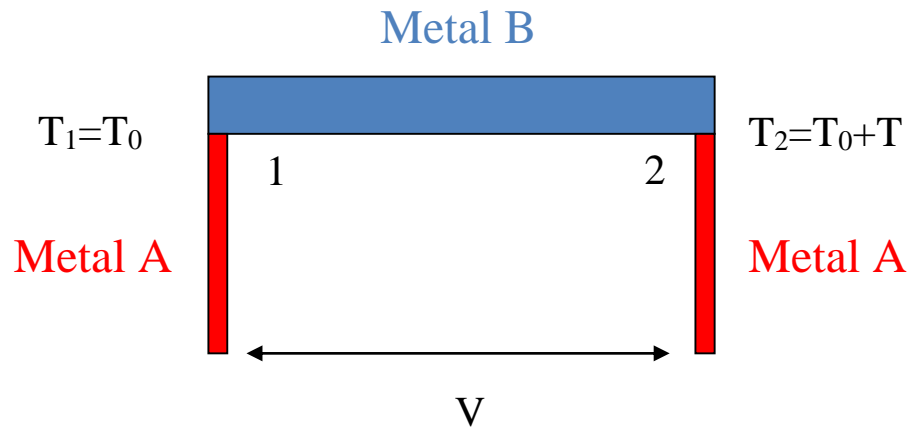


Figura 2. 18 Diagrama esquemático de la unión doble en la que se muestra el efecto Seebeck.

$$S_s = \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (42)$$

Que es igual a:

$$\Delta S_s = S_A - S_B = \lim_{\Delta T \rightarrow 0} (\Delta V / \Delta T) \quad (43)$$

Donde S_A y S_B son potenciales termoeléctricos absolutos del metal A y B respectivamente

Para determinar el potencial termoeléctrico del metal que deseamos caracterizar es necesario primeramente producir dos uniones con un metal de referencia como el mostrado en la Figura 2.17, posteriormente se genera un gradiente de temperatura controlado dentro del espécimen ΔT , y finalmente se mide el voltaje generado ΔV , donde mediante la siguiente ecuación podemos determinar el PTE absoluto del espécimen, conociendo el PTE absoluto del metal de referencia.

$$S_A = S_B + \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (44)$$

Las mediciones deben de ser a una temperatura fija donde el potencial termoeléctrico absoluto $S(T)$ tenga un comportamiento lineal, que es donde los fonones (vibraciones en la red cristalina con influencia en la conductividad térmica) han sobrepasado la temperatura de Debye y ya no contribuyen a la variación calor específico (aproximadamente por encima de 300K) y únicamente se tenga un PTE por difusión de los electrones

El método de punta caliente para la determinación del PTE, es el cual únicamente se regula la temperatura de una de las puntas, (punta caliente = 50°C) mientras la otra punta permanece a temperatura ambiente (punta fría). Figura 2.19

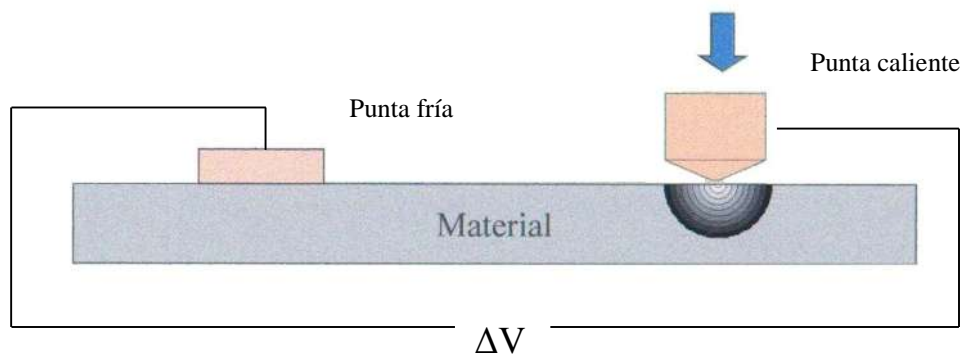


Figura 2. 19 Diagrama esquemático del equipo de punta caliente.

En este método el gradiente térmico es localizado en el área de contacto y su tamaño es determinado por el tamaño de la unión, (diámetro de la punta) el volumen de gradiente térmico equivale aproximadamente a 6 veces el radio de la punta, esquematizándose en la Figura 2.20.

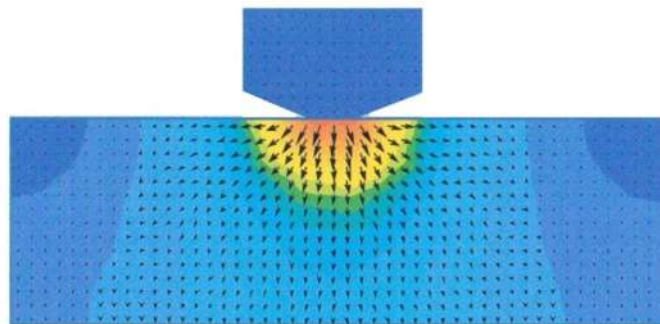


Figura 2. 20 Gradiente térmico en equipo de PTE de punta caliente.

Una de las ventajas de este método es que las mediciones del PTE son localizadas y éstas pueden hacerse a elementos in situ. La principal desventaja es que tiene una menor sensibilidad que el método de gradiente lateral, esto es debido a que la determinación precisa de la temperatura en la unión, por consecuencia del espesor de la punta que puede desarrollar un amplio gradiente térmico en la unión con el espécimen. La incertidumbre de la temperatura está fuertemente relacionada con la conductividad térmica del material estudiado, este error se incrementa con el aumento en la conductividad del material[34].

2.6 Revisión del estado del arte.

Lee y colaboradores[5] muestran que con diferentes tratamientos térmicos aplicados a la aleación Ti-6Al-4V se pueden obtener tres microestructuras diferentes: Widmanstätten, equiaxial y bimodal, como se muestra en la Figura 2.21. Al sobre envejecer estas microestructuras, se obtienen partículas finas de α_2 dentro de la fase α , mostrándose en la Figura 2.22. El sobre envejecido se realizó por 200 hr a 545 °C.

Estas microestructuras fueron caracterizadas mediante las técnicas de resistencia a la fractura, impacto de Charpy y vibración de flexión para determinar el amortiguamiento. Las propiedades de resistencia a la fractura y amortiguación son factores importantes para implantes de titanio, ya que el hueso presenta diferencias grandes en el módulo respecto al del implante.

Los resultados mostraron que en la energía absorbida en la prueba de Charpy y la resistencia a la fractura aparentemente disminuyó con el sobre envejecido. Por otra parte, las propiedades de amortiguación se mejoraron con el sobre envejecido en las microestructuras laminar y equiaxial, esta última incluso mostró un aumento del 42 % comparada con la microestructura sin envejecer, en cambio se muestra un decremento en la microestructura bimodal debido al reblandecimiento de la martensita templada y el decremento en la diferencia elástica entre la martensita templada y la fase α que contenía partículas de α_2 .

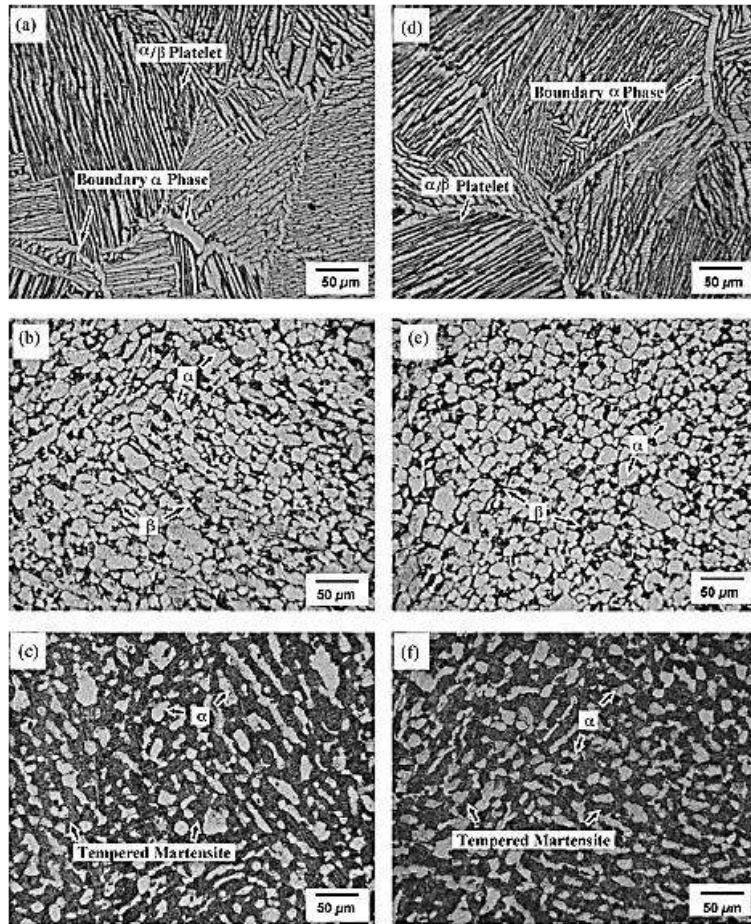


Figura 2. 21 Imágenes de microscopio óptico de las estructuras sin envejecer (a, b, c) y sobre envejecidas (d, e, f) respectivamente de las microestructuras laminar, equiaxial y bimodal.[5]

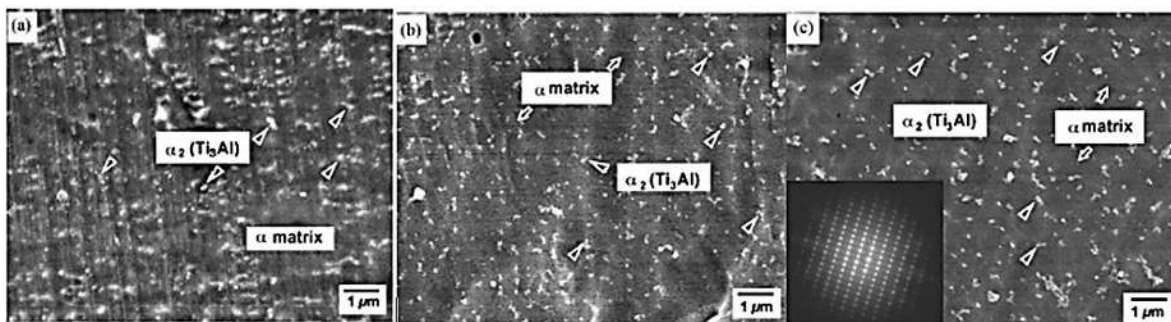


Figura 2. 22 Partículas α_2 distribuidas en la fase α en las tres microestructuras: (a) laminar, (b) equiaxial y (c) bimodal[5]

Mutlu et. al.[35] caracterizó la microestructura de acero para herramientas de trabajo en caliente AISI H13 mediante pruebas no destructivas, realizándole diferentes tratamientos

térmicos con el fin de obtener diferentes fases microestructurales en el acero para herramientas.

Las diferentes microestructuras se muestran en la Tabla 2.2, fueron caracterizadas mediante ondas longitudinales y transversales usando la técnica de contacto directo de pulso-eco. A cada muestra se le realizó el mismo tratamiento térmico inicial (austenización) para obtener un tamaño de grano uniforme en cada microestructura.

Tabla 2. 2 Microestructuras y tratamientos térmicos de las muestras[34]

Tratamiento térmico	Microestructura	Dureza, HV10
Recocido	Ferrita (F)	330
Temple	Martensita (M)	630
Temple y revenido	Martensita templada (TM)	520
Tratamiento isotérmico	Bainita (B)	430
Tratamiento isotérmico	Perlita-Bainita (P-B)	39

Los resultados de la Figura 2.23 muestran que la velocidad ultrasónica en la martensita es la más baja, seguida por la martensita templada y la bainita, por último la perlita-bainita y la ferrita se encuentran con las mayores velocidades. Teniendo un aumento ligero de la densidad en el mismo orden. Esto se debe a la relación inversa entre la velocidad ultrasónica y la densidad, el aumento de la velocidad debe estar relacionado con el aumento del módulo de Young en lugar del aumento de la densidad, esto lo presentan en la Figura 2.24.

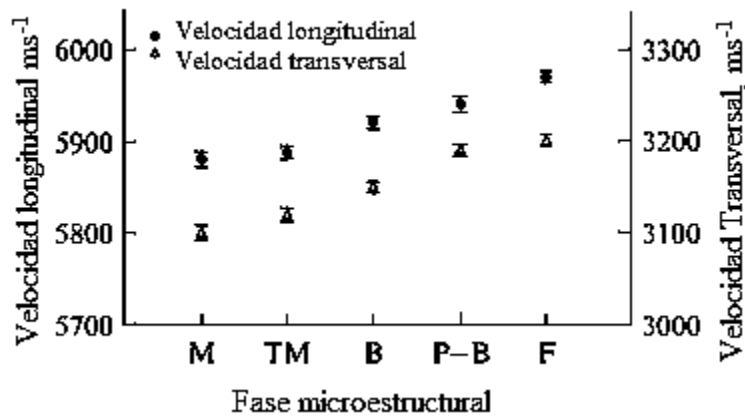


Figura 2. 23 Relación de fases microestructurales con velocidad ultrasónica.[34]

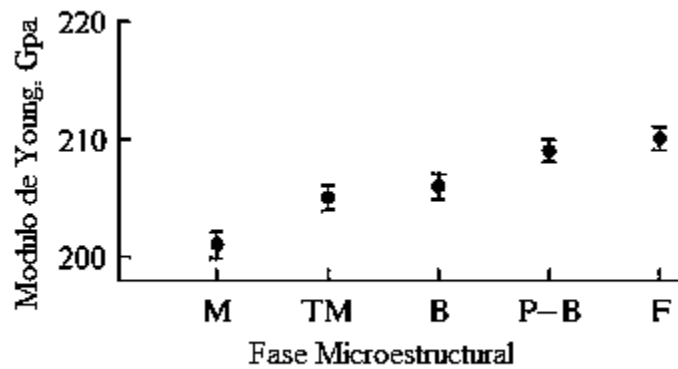


Figura 2. 24 Relación de fases microestructurales con el módulo de Young[34]

Así mismo, en la Figura 2.25 se reporta que la martensita es más atenuante que la ferrita, esto se debe a que la martensita presenta una energía de dislocación alta, lo que provoca una buena absorción de energía ultrasónica. En la Figura 2.26 se muestra la variación en la velocidad ultrasónica longitudinal y de corte con respecto al tamaño de grano, lo cual se puede observar que entre más pequeño sea el grano, la velocidad será mayor. Esto se debe a que en los especímenes de grano más grueso, el grano tiene una orientación diferente el uno del otro. En el caso de granos finos la orientación es aleatoria. Una orientación preferida aumenta la anisotropía, mientras que granos equiaxiales la disminuye.

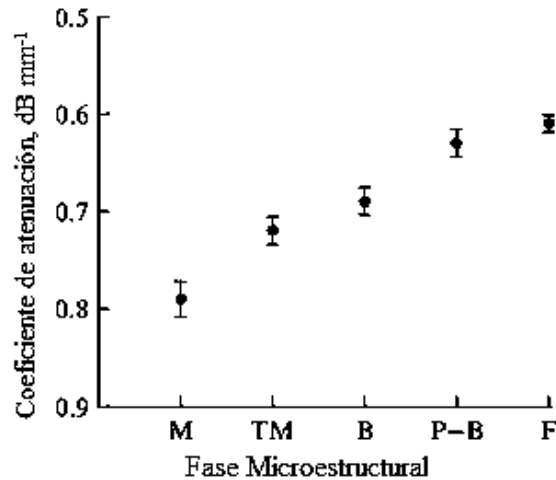


Figura 2. 25 Variación del coeficiente de atenuación [34]

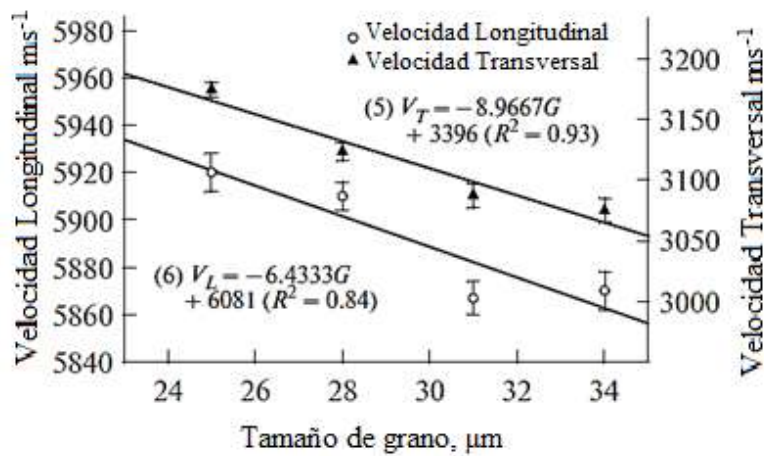


Figura 2. 26 Variación de la velocidad ultrasónica con respecto al tamaño de grano[34]

Rosen y Horowitz[36] caracterizaron precipitados θ' y θ'' de la aleación de aluminio 2219 por medio de velocidad ultrasónica, atenuación y dureza. La aleación fue envejecida a temperaturas de 150, 175 y 220 °C con diferentes tiempos de permanencia. Los resultados obtenidos muestran que el módulo elástico de la aleación se incrementa con el tiempo de envejecido, esto se atribuyó a que la fracción de volumen de precipitados es mayor en temperaturas más altas. Así mismo, la velocidad ultrasónica, la atenuación y la dureza aumentan con respecto del tiempo y la temperatura de envejecimiento.

En cambio, Ruiz et. al.[37] reportan el envejecimiento de un acero inoxidable dúplex 2205 a 700 y 900 °C durante diferente tiempo de permanencia. Las mediciones de textura fueron

realizadas por birrefringencia en una onda de corte como se muestra en el diagrama de la Figura 2.27. Ellos demuestran que el coeficiente de atenuación de las ondas longitudinales disminuye a medida que aumenta el tiempo de envejecimiento que indica la precipitación de la fase sigma y el crecimiento de partículas de esta fase, pudiese observar en la Figura 2.28. En la Figura 2.29 corresponde a las muestras envejecidas a 900 °C, el modo rápido de la velocidad de corte disminuye al hacer el envejecimiento.

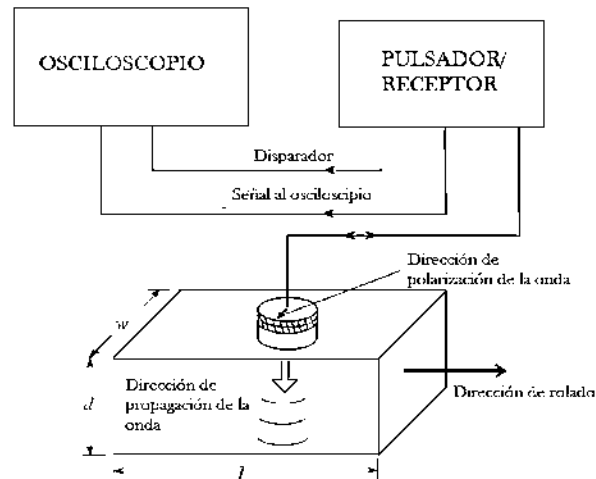


Figura 2. 27 Arreglo de laboratorio para mediciones de textura usando una onda de corte para birrefringencia.[36]

Para una medida más precisa, se eligió la medida correspondiente al cruce positivo en cero en el primer y segundo eco de la pared posterior del espécimen, como se muestra en la Figura 2.30. La velocidad de las ondas de corte fue medido por la propagación del modo rápido en la dirección del espesor (d) con polarización en la longitud de dirección (l), la cual corresponde a la dirección de rolado, y la propagación del modo lento en la dirección del espesor (d) con polarización en la dirección del ancho (w), el cual corresponde a la dirección normal del rolado, la velocidad de la onda de corte fue determinada con la fórmula:

$$c = \frac{2d}{t} \quad (45)$$

La onda de corte es sensible al efecto de recristalización y puede ser una herramienta muy útil para la evaluación no destructiva para la evaluación cuantitativa del nivel de ferrita en

un acero inoxidable dúplex 2205, que es de principal importancia desde el punto de vista de la estabilidad termo-mecánica de la fase benéfica del dúplex.

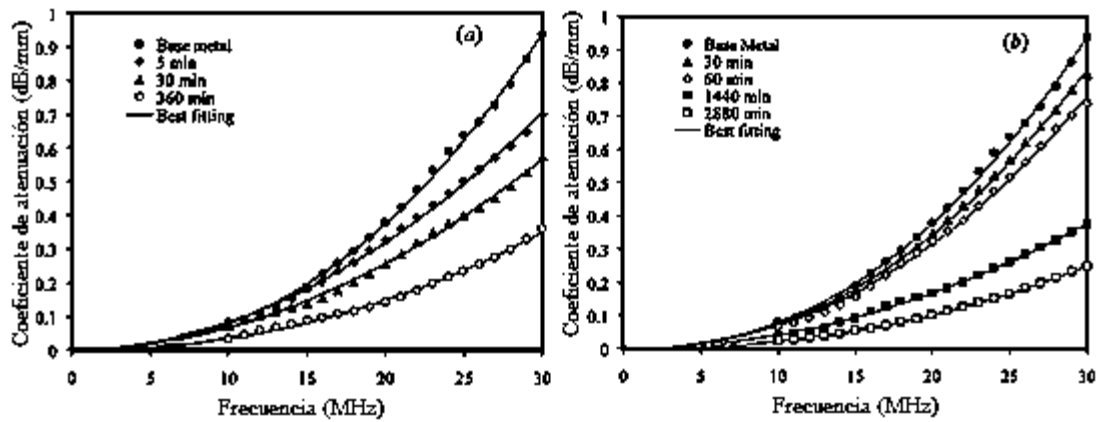


Figura 2. 28 . Coeficiente de atenuación como función de la frecuencia con diferente tiempo de permanencia de acero inoxidable dúplex 2205, (a) 900 °C, (b) 700 °C.[36]

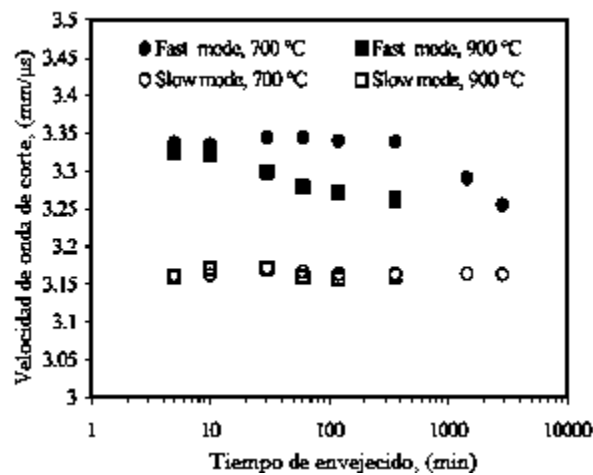


Figura 2. 29 Resultados de la velocidad de la onda de corte en función al tiempo de envejecido.[36]

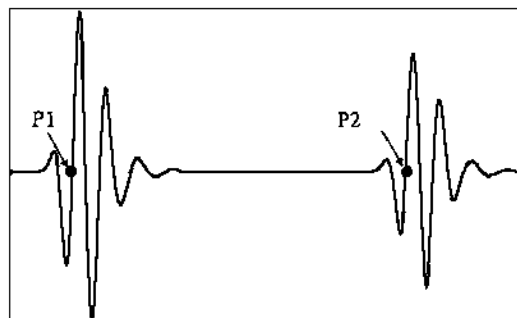


Figura 2. 30 Ejemplificación de cruces positivos usando para mediciones de tiempo.[36]

Así mismo, Vijayalakshmi et. al. [38] caracterizaron acero inoxidable dúplex con técnicas ultrasónicas de pulso-eco. Al acero le fue realizado un tratamiento térmico a diferentes temperaturas (1100, 1200, 1300 y 1350 °C) por 30 minutos. Ellos mostraron que la atenuación se decide principalmente por el tamaño de grano que generan las diferentes temperaturas del tratamiento térmico. La atenuación incrementa marcadamente con el aumento del grano, como se observa en la Figura 2.31. Sin embargo la velocidad longitudinal y de corte se ven marcadas por el contenido de fase y el tamaño de grano.

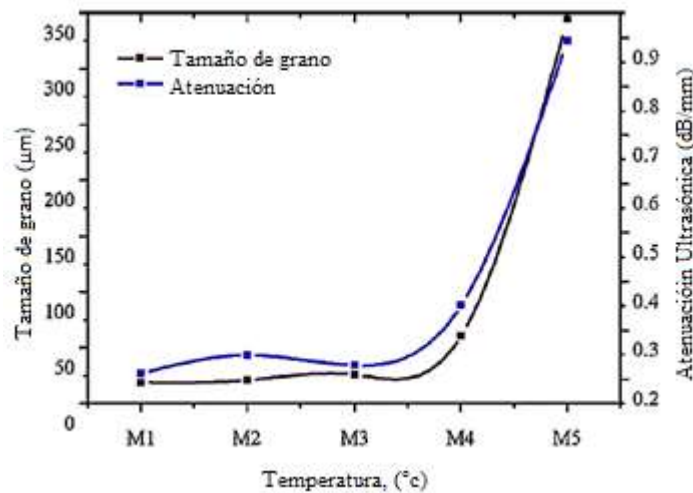


Figura 2. 31 Variación del tamaño de grano, así como la atenuación ultrasónica que presentan las diferentes muestras.[37]

Por otro lado, Caballero y colaboradores[31] por medio de potencial termoelectrico, caracterizaron la disolución de carburos $M_{23}C_6$ en un acero X45Cr13. Austenizando a temperaturas de 1010, 1060, 1106, 1168, 1200, 1232 °C. Los resultados se muestran en la figura 2.32.

Ellos evaluaron por medio de PTE la influencia de los contenidos de carbono y cromo en solución sólida en la austenita así como los límites de grano y la microestructura durante la disolución de los carburos $M_{23}C_6$ en un acero inoxidable X45Cr13. Encontraron que las mediciones de potencial termoelectrico son inversamente proporcional al porcentaje de carbón en solución sólida.

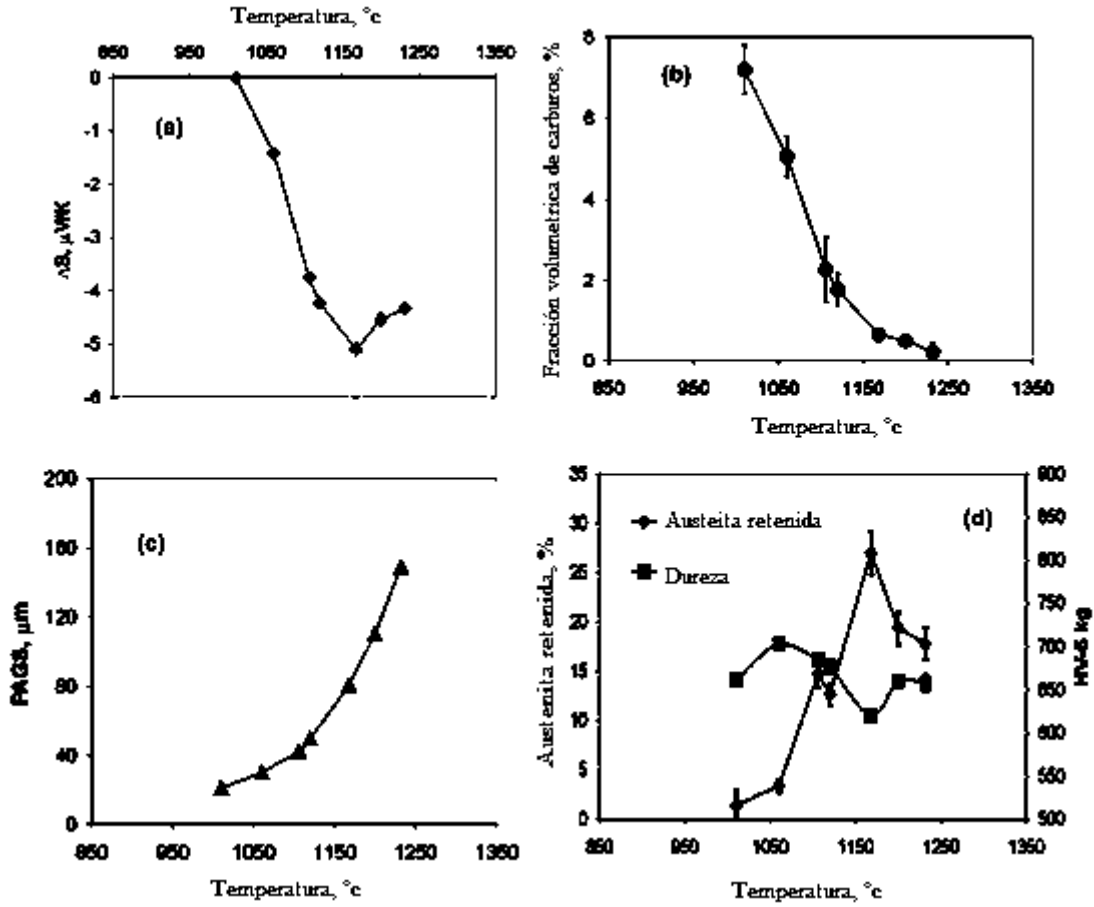
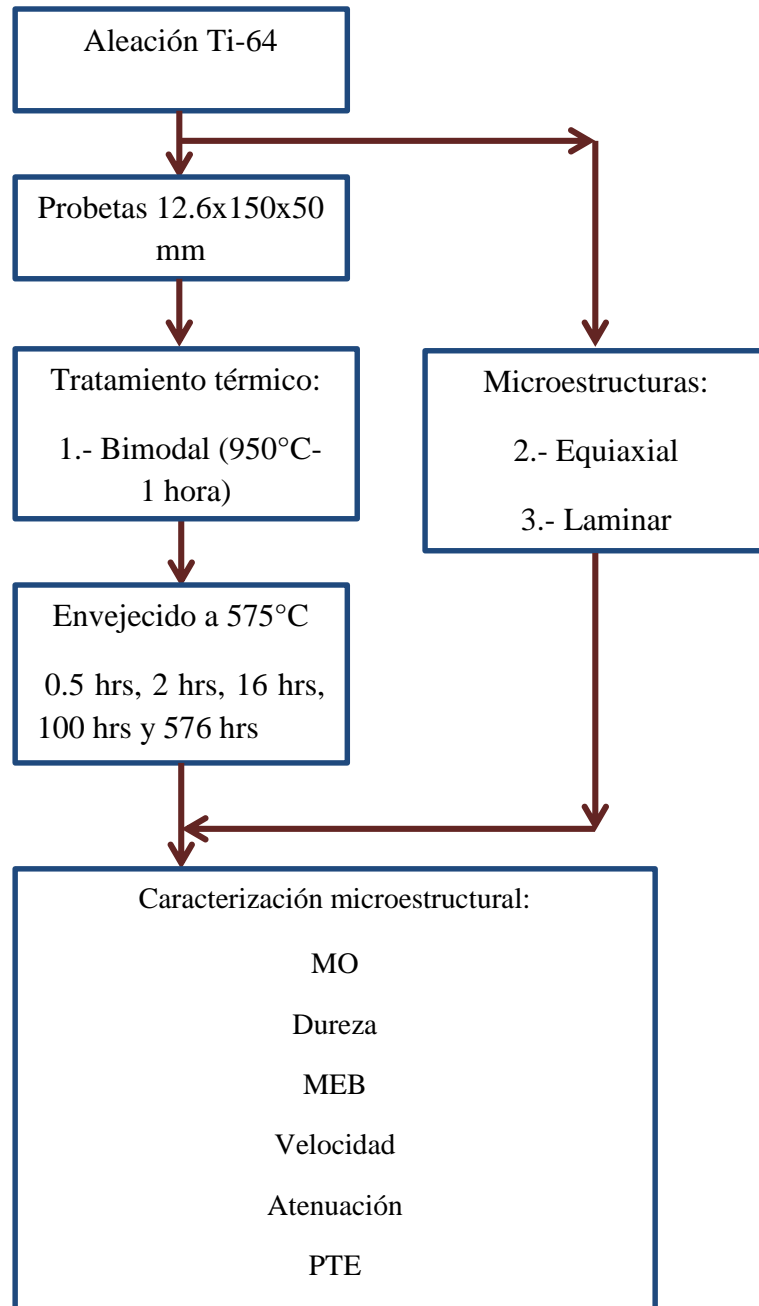


Figura 2. 32 a) Variación del PTE, b) Fracción de volumen de carburos, c) Diámetro de tamaño de grano austenítico, d) Relación de volumen de austenita retenida y durezas para las diferentes temperaturas de austenización[30].

3. Desarrollo experimental

3.1 Diagrama de actividades



Para este tema de investigación se trabajó con una aleación de titanio Ti-6Al-4V con la composición que se muestra en la Tabla 3.1, de una placa se seccionaron probetas con dimensiones de 12.6x150x50 mm, para realizar tratamiento térmico de envejecimiento. Se realizó un tratamiento de solubilizado a una temperatura de 950 °C, posteriormente se templó en agua obteniendo así una microestructura bimodal. Se trabajó con dos microestructuras más, una equiaxial y otra laminar, tratadas térmicamente como se muestra en las Figuras 3.1 y 3.2, donde fueron obtenidas en trabajos de investigaciones previos.

Tabla 3. 1 Composición en porcentaje de la aleación Ti-6Al-4V

Al	V	Fe	O	C	N	H	Ti
6.14	3.85	0.17	0.16	0.12	0.006	0.003	89.55

La subilización de la microestructura bimodal se muestra en la Figura 3.3, subsiguientemente se envejeció a temperatura de 575 °C con diferentes tiempos de permanencia 0.5 hrs, 2 hrs, 16 hrs, 100 hrs y 576 hrs o 24 días. En todos los casos las probetas fueron templadas en agua. Se usó microscopía óptica y de barrido con el fin confirmar y cuantificar la presencia de precipitados α_2 , para los diferentes tiempos de permanencia.

Se realizaron mediciones de velocidad ultrasónica en cada probeta tratada térmicamente por medio de la técnica de contacto (inspección pulso-eco) utilizando un transductor longitudinal: V116 20/.125 613907, con el propósito de observar el comportamiento que tiene la onda ultrasónica con respecto a la microestructuras obtenidas durante el envejecimiento.

En el caso de la atenuación ultrasónica, se utilizó un transductor longitudinal de frecuencia central de 15 Mhz con buffer integrado tal y como se muestra en la Figura 3.4.

La medición del PTE, se utilizó el método de la punta caliente, el equipo utilizado para realizar las mediciones fue un ThermoSorter Walker Scientific, Inc., este consta de dos puntas metálicas de diferente material, contando con una punta a temperatura ambiente (punta fría, aproximadamente 25°C) y la otra punta con una temperatura superior (punta

caliente aproximadamente 50°C), teniendo así un diferencial de temperatura entre ambas de $\approx 25^{\circ}\text{C}$.

Posteriormente se realizaron ensayos de dureza a cada una de las probetas, utilizando un equipo Mitutoyoserie HM-200, graficando los resultados obtenidos a diferentes temperaturas y tiempos de envejecimiento de las tres microestructuras, se caracterizaron las probetas para determinar los parámetros microestructurales antes y después del tratamiento del envejecimiento por medio de microscopía óptica para determinar el tamaño de colonia, espesor de frontera de grano, fracciones volumétricas de las fases α y β , y fracción precipitada, con el fin de determinar la influencia de la fracción precipitada α_2 en los ensayos no destructivos y la dureza desarrollada, donde posteriormente se analizaron los resultados para así determinar una relación entre dureza, el PTE, velocidad ultrasónica y atenuación.

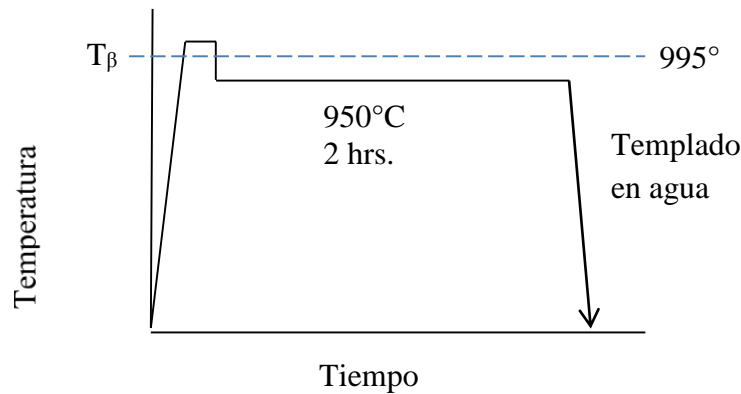


Figura 3. 1 Tratamiento térmico para la obtención de la estructura laminar.

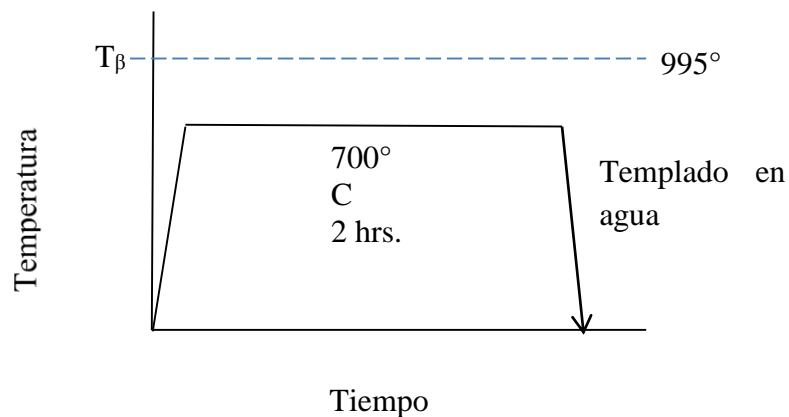


Figura 3. 2 Tratamiento térmico para la obtención de la estructura equiaxial.

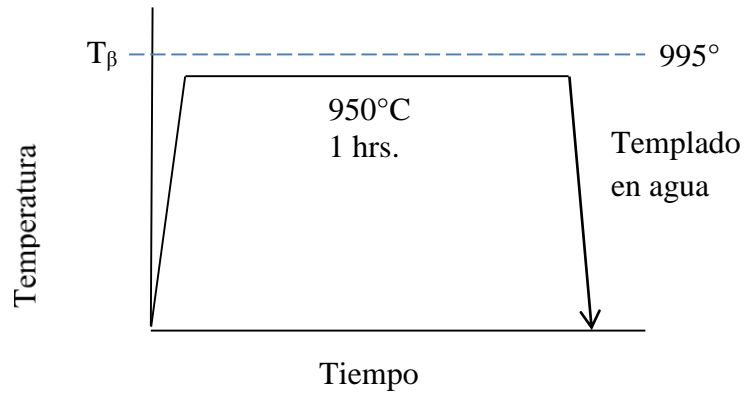


Figura 3. 3 Tratamiento térmico para la obtención de la estructura bimodal.

3.2 Equipos e instrumentos

Equipo de ultrasonido para la técnica de contacto

Se utilizó un equipo de la marca: Le Croy wave Surfer 432, 350 MHz- Osciloscopio 2Gs/s con un pulsador /receptor modelo: 5072PR, así como un Transductor longitudinal: V116 20/.125 613907 y un transductor transversal: V222-BB 20/.25" 349046

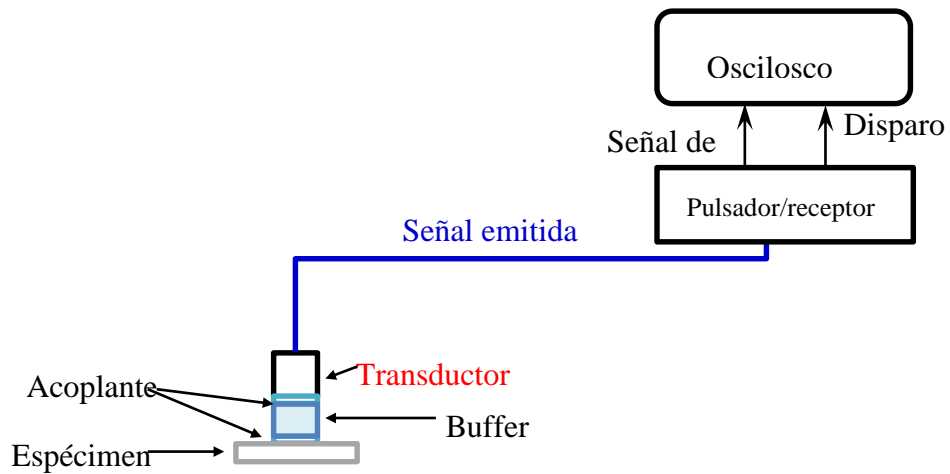


Figura 3. 4a. Arreglo de transductor con buffer integrado

Equipo de ultrasonido para la técnica de inmersión

Para el caso del equipo por inmersión, se utilizó el mismo equipo de la marca: Le Croy wave Surfer 432, 350 MHz- Oscilloscope 2Gs/s, con un Pulsador /Receptor modelo: 5072PR y un Transductor: V309 5/.5" 576643

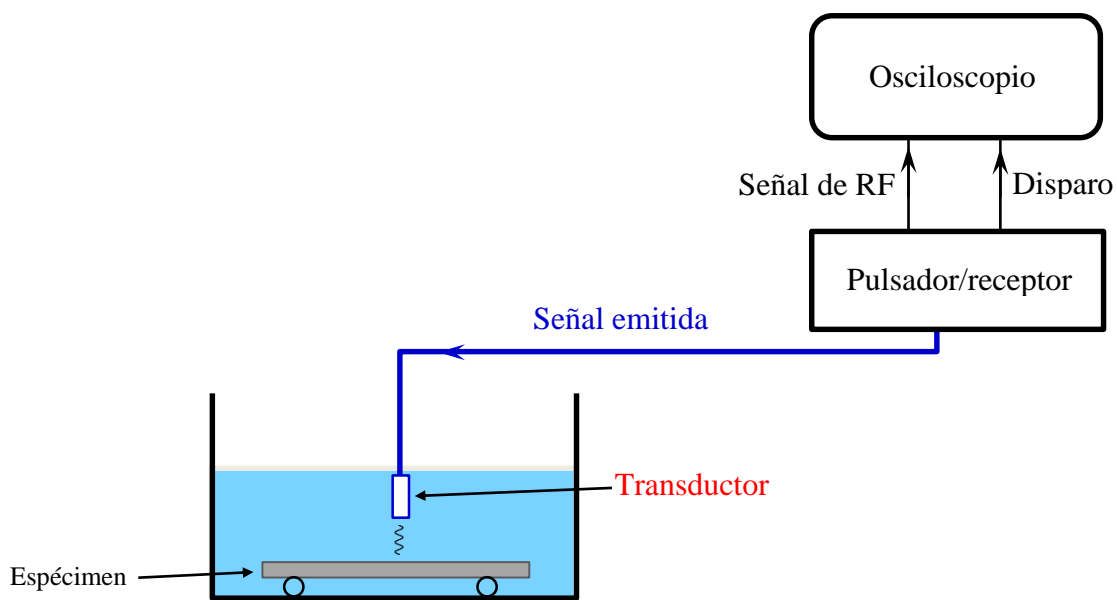


Figura 3. 5b. Arreglo para mediciones ultrasónicas por medio de inmersión.

4. Análisis y discusión de resultados

4.1 Microscopía óptica

En la caracterización microestructural de inicio, se puede observar que en la microestructura laminar obtenida se tiene una estructura martensítica α' dentro de granos β primaria, así como la presencia de un porcentaje de $\alpha+\beta$ acicular como se observa en la Figura 4.1a.

En el caso de la microestructura equiaxial, se tienen granos α primaria y la fase β en los bordes de grano como se puede apreciar en la Figura 4.1b

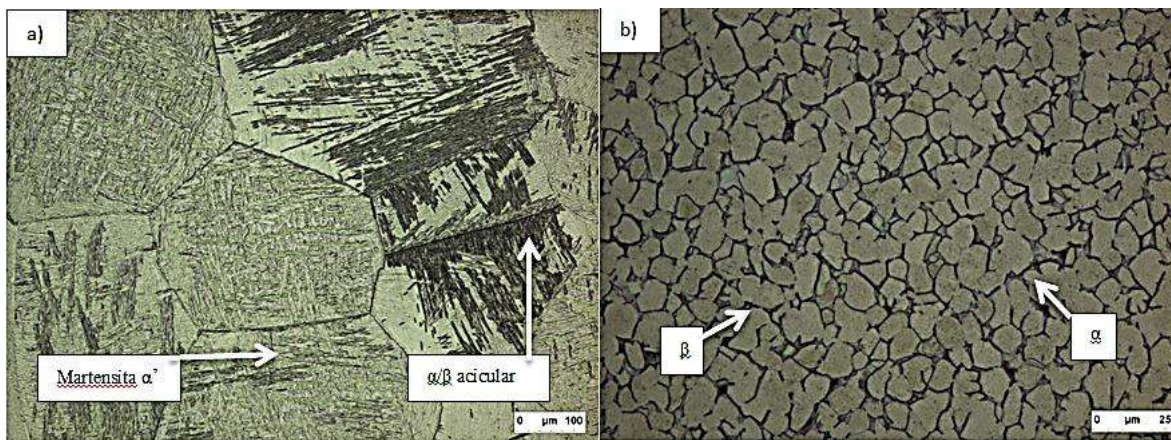


Figura 4. 1 Micrografías de la microestructura obtenida del tratamiento térmico para a) estructura laminar a 100x, b) estructura equiaxial a 500x.

Para el caso de la microestructura bimodal, se observaron granos α equiaxiados con presencia de martensita templada como se aprecia en la Figura 4.2. Se suele decir que esta estructura es una mezcla de las dos estructuras anteriormente descritas.

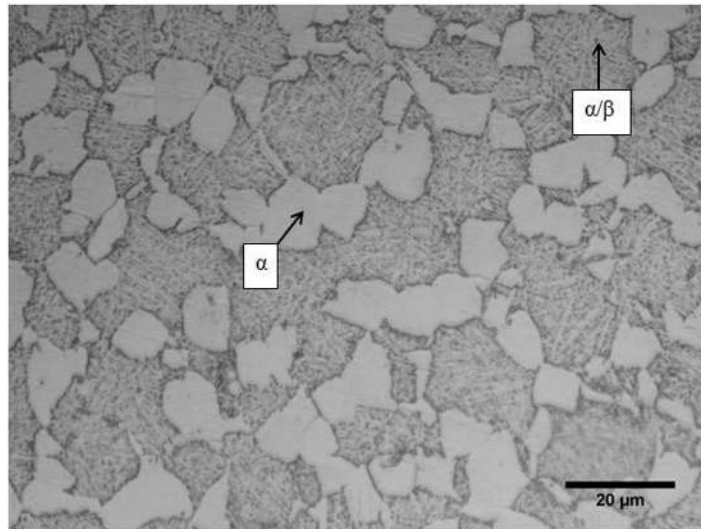


Figura 4. 2 Micrografías de la microestructura bimodal obtenida del tratamiento térmico.

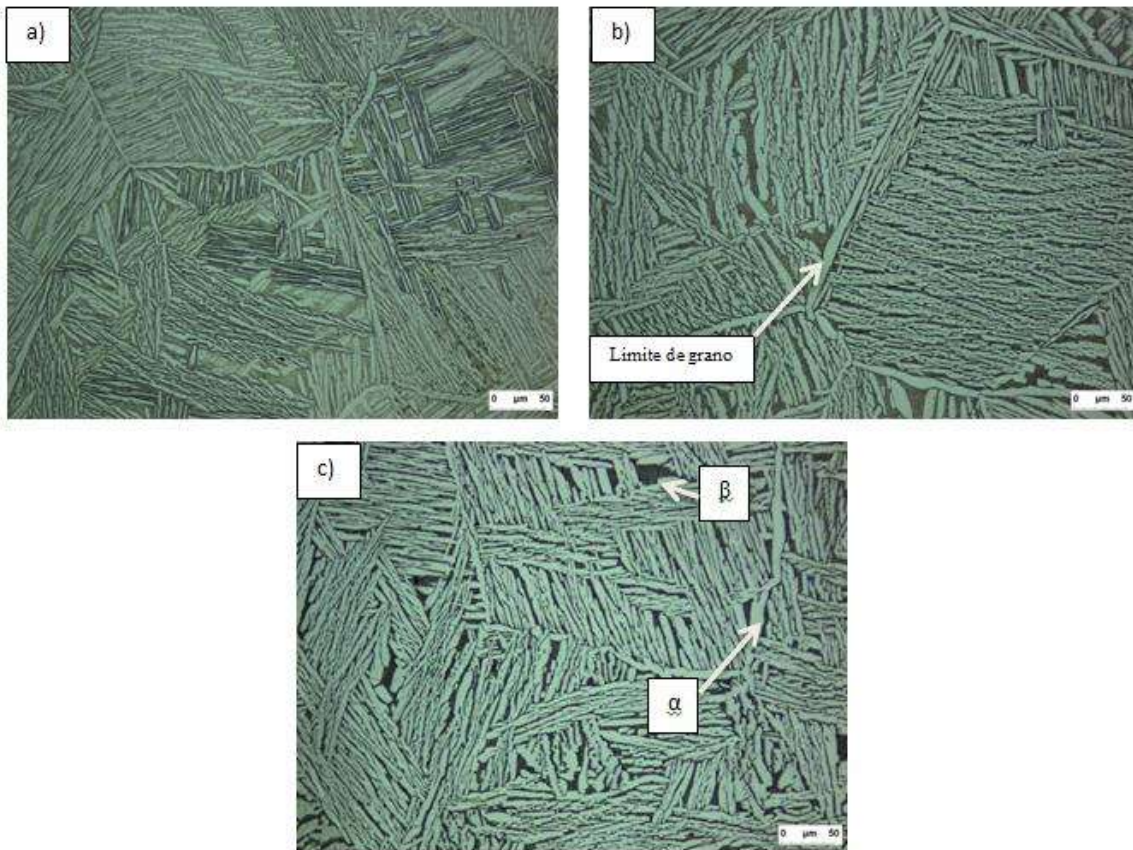


Figura 4. 3 Evolución de microestructura acicular a 575°C a 200x, a) 2 hrs, b) 16 hrs c) 576 hrs.
Escala 50 μm

La evolución de la microestructura se puede observar en la Figura 4.3, donde se muestran las micrografías correspondientes al tratamiento térmico de envejecido de a) 2 hrs, b) 16 hrs c) 576 hrs de la microestructura laminar a 575°C. Podemos apreciar un cambio notorio en la microestructura, ya que se observa un engrosamiento de las plaquetas laminares α , así como la desaparición de los límites de grano debido al aglutinamiento de los granos β mediante la unión de subcolonias, observándose también la desorientación de las plaquetas laminares α dentro de las colonias de granos.

En la Figura 4.4 se muestra la microestructura equiaxial obtenida, donde se puede apreciar que en caso contrario a la microestructura laminar, esta no presenta cambios importantes o representativos, ya que los granos α (granos claros) y β (granos oscuros) conservan las mismas dimensiones y morfología.

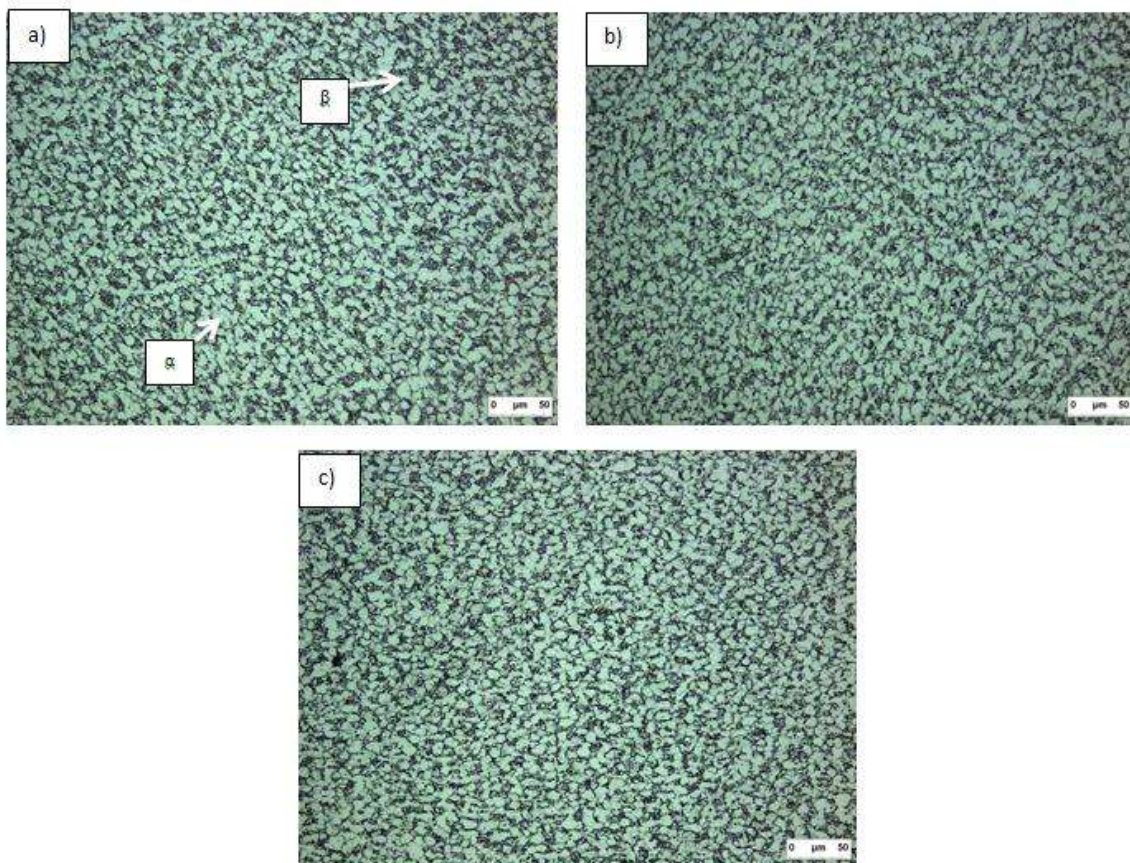


Figura 4. 4 . Evolución de microestructura equiaxial a 575°C a 200x, a) 2 hrs, b) 16 hrs c) 576 hrs.
Escala 50 μm .

En la Figura 4.5 tenemos la microestructura bimodal teniendo un notorio cambio en las micrografías correspondientes a a) 2 hrs, b) 100 hrs c) 576 hrs a 575°C. Se observa que para dos horas la estructura presenta dos fases visibles, siendo la más clara la fase α y la oscura laminar corresponde a la fase α/β . Se aprecia que para la evolución respecto al tiempo de esta microestructura la fase α/β es la que cambia notoriamente, teniendo una dispersión de esta fase y así mismo la desaparición de las fronteras de grano. En tanto a la fase α se mantiene constante en todos los tiempos de envejecido.

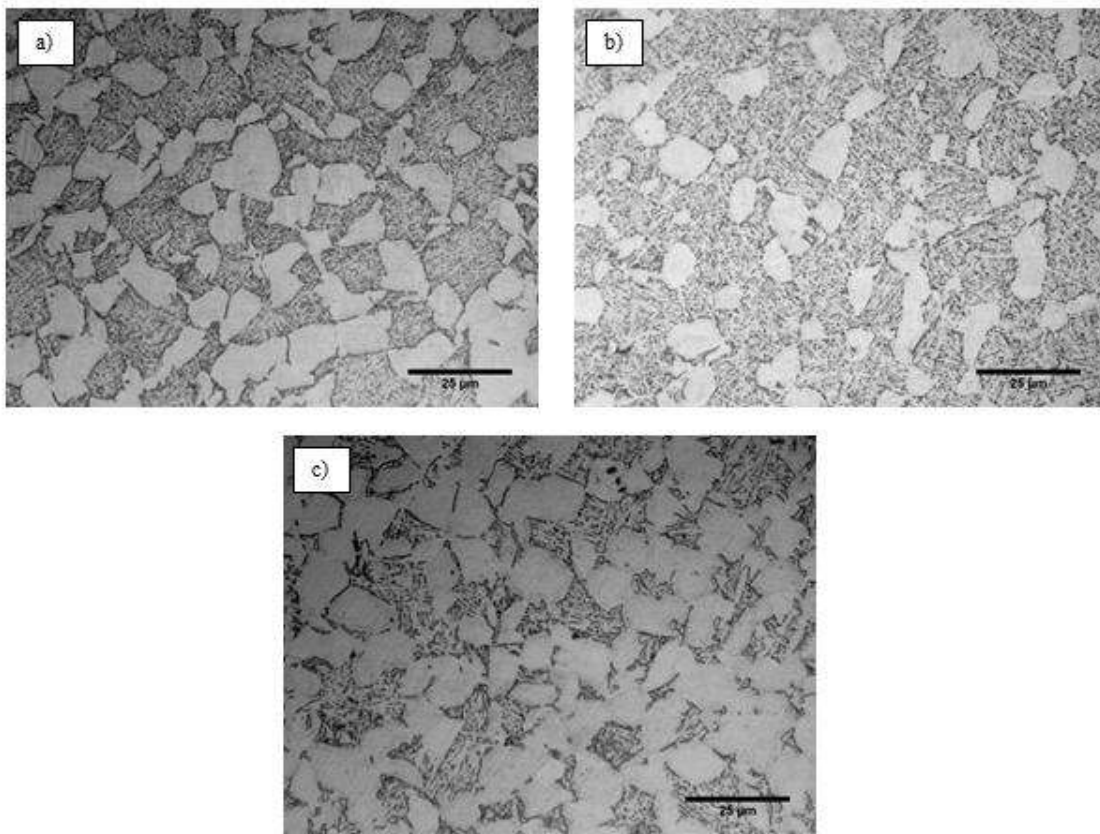


Figura 4. 5 Evolución de microestructura bimodal a 575°C a 1000x, a) 2 hrs, b) 100 hrs c) 576 hrs.

4.2 Microscopía electrónica de barrido.

En la Figura 4.6 tenemos la micrografía correspondiente a la microestructura laminar, en la cual la zona clara corresponde a la fase β y la fase α corresponde a la zona oscura.

La Figura 4.7 corresponde a las microestructuras laminares a diferentes tiempos de envejecido a 575°C , podemos observar que la densidad de precipitados α_2 dentro de la matriz α va aumentando conforme al tiempo de envejecimiento.

En la Figura 4.7 b) corresponde a la cantidad de precipitados α_2 a un tiempo de 2hrs de envejecido, viéndose muy claro que la porción de α_2 es poco notoria. En la Figura d) y f) se observa el incremento de esta fase secundaria, observándose que para las 576 horas de envejecido la cantidad y el tamaño de precipitados son mucho mayor.

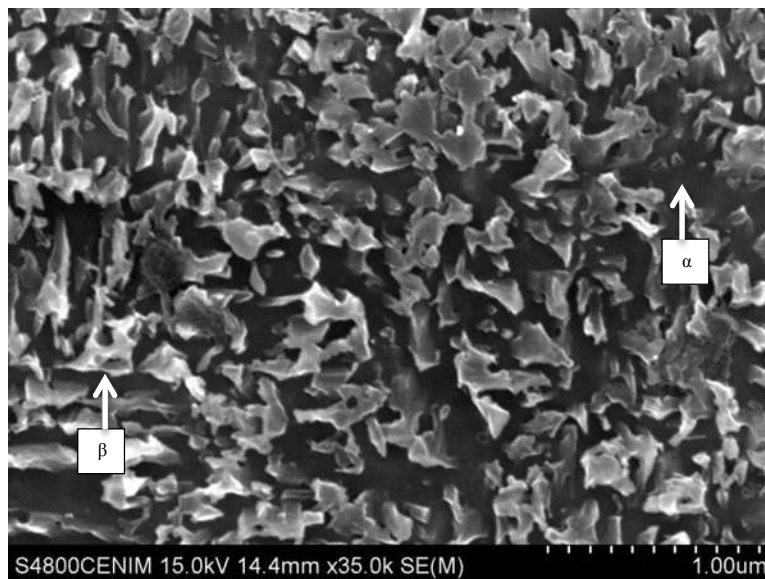


Figura 4. 6 Microestructura laminar, zona $\alpha+\beta$.

Se ha optado escoger la temperatura de 575 °C, ya que se encontró que es la más estable en cuanto a microestructura, cantidad de fase α_2 precipitada y resultados ultrasónicos, los datos de las temperaturas de 515° C y 545° C también son reportados pero no analizados con profundidad.

En el caso de la microestructura equiaxial, la Figura 4.8 muestra la micrografía correspondiente a esta microestructura, donde se puede apreciar los granos equiaxiados α y la porción de la fase β , de igual manera la zona clara pertenece a la fase α y la zona oscura a la β .

La Figura 4.9 corresponde a las micrografías, que de igual manera corresponden a la temperatura de 575°C. En la imagen se puede apreciar que en la micrografía correspondiente a 2 horas de envejecido, los precipitados son más pequeños que en la correspondiente a 576 horas. Se ha observado que en las primeras horas de envejecido, los precipitados α_2 se presentan en menor porcentaje y con una morfología más esférica, conforme va pasando el tiempo, estos precipitados se van alargando y agrupándose en forma de panal, finalmente a tiempos muy prolongados, el tamaño de estos va aumentando y regresando a su forma esférica [39]. En la Figura 4.10 se muestran las gráficas obtenidas por Santoveña[39], donde calcula el tamaño de partícula α_2 para ambas microestructuras a una temperatura de 575 °C. Se observa que para una microestructura laminar el tamaño de partícula va variando conforme el tiempo de envejecido aumenta hasta llegar a las 576 horas. En la microestructura equiaxial, se puede apreciar que el tamaño es más uniforme a lo largo de la línea de tendencia, pero de igual manera al llegar a 576 horas el tamaño de partícula aumenta en comparación al resto.

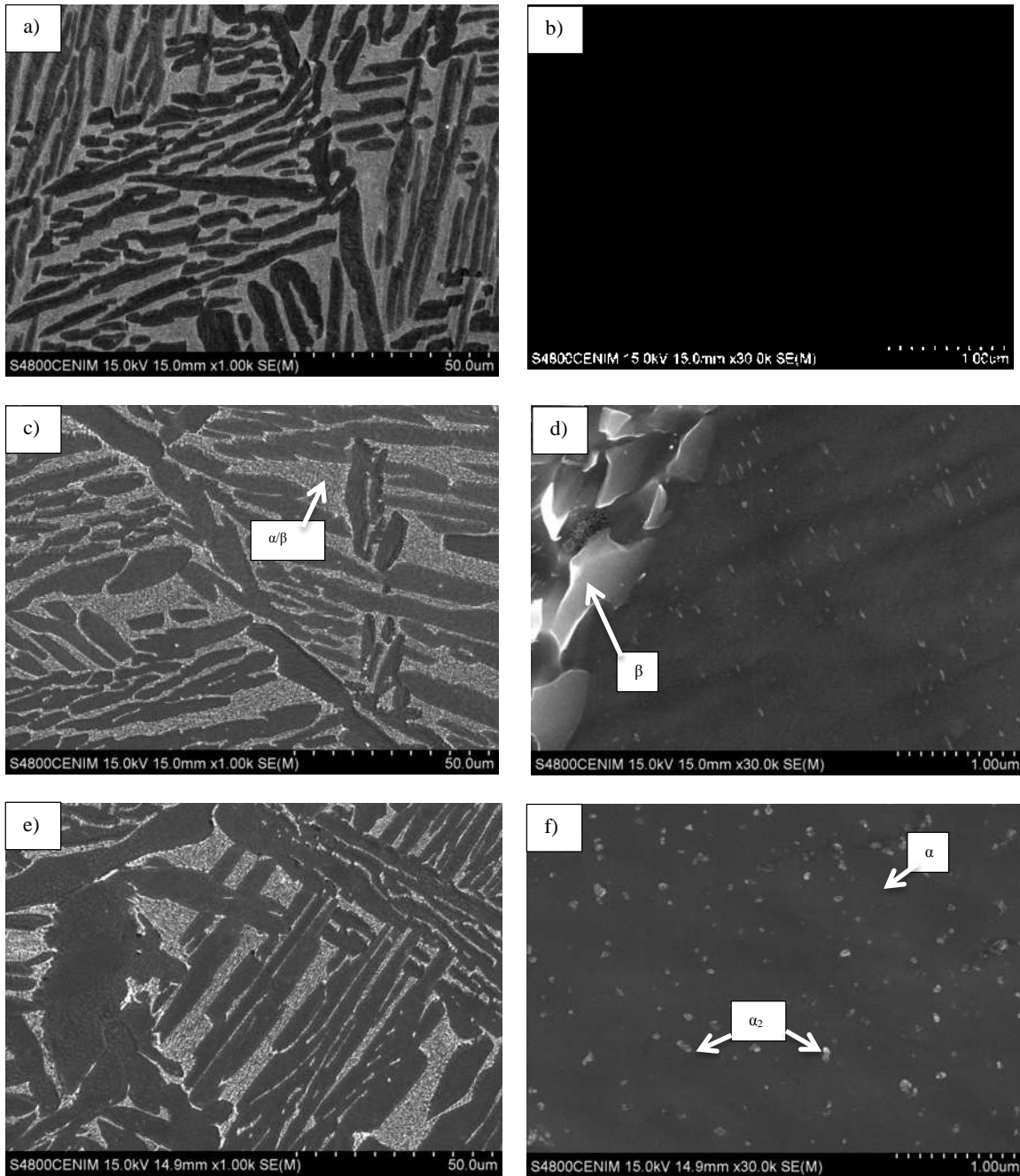


Figura 4. 7 Microestructuras laminares a) 2 hrs, c) 16 hrs, e) 576 hrs a 10,000X y b) 2 hrs, d) 16 hrs y f) a 576 hrs a 30,000X.

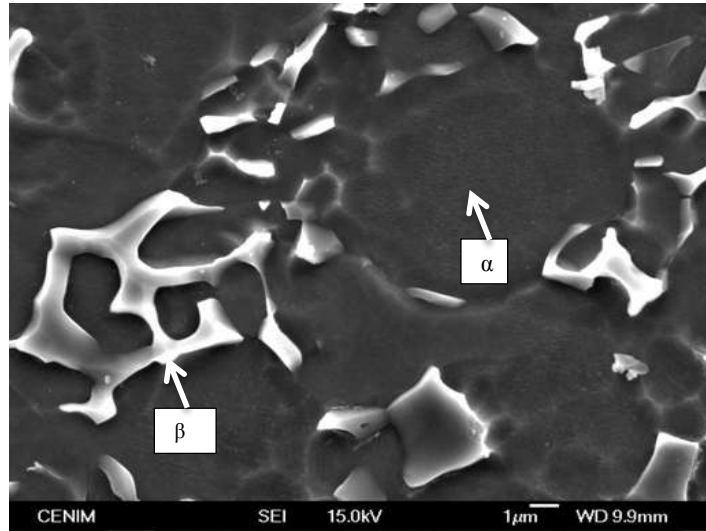


Figura 4. 8 Microestructura equiaxial 5,000X..

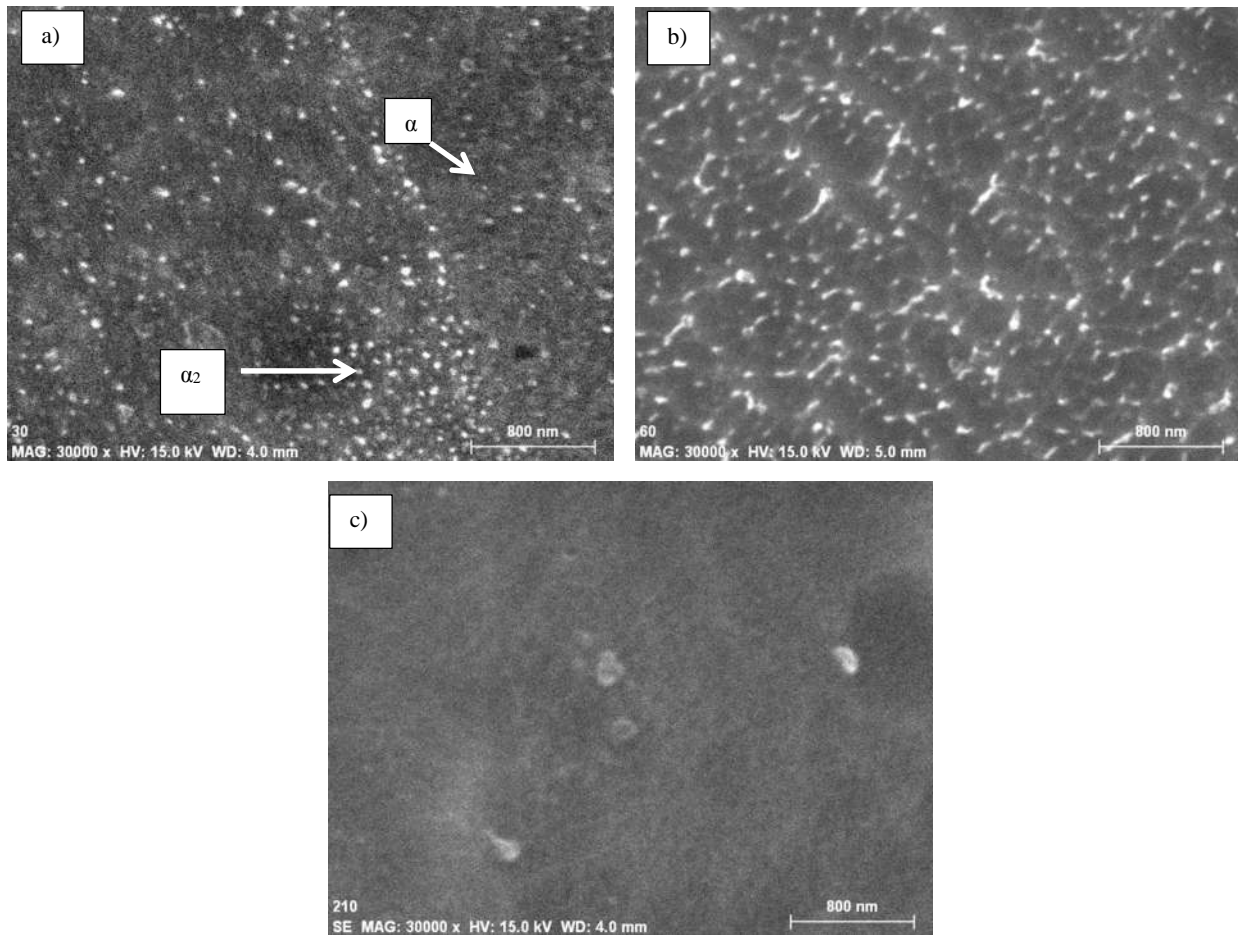


Figura 4. 9 Microestructuras equiaxiales a) 2 hrs, b) 16 hrs, c) 576 hrs a 30,000X

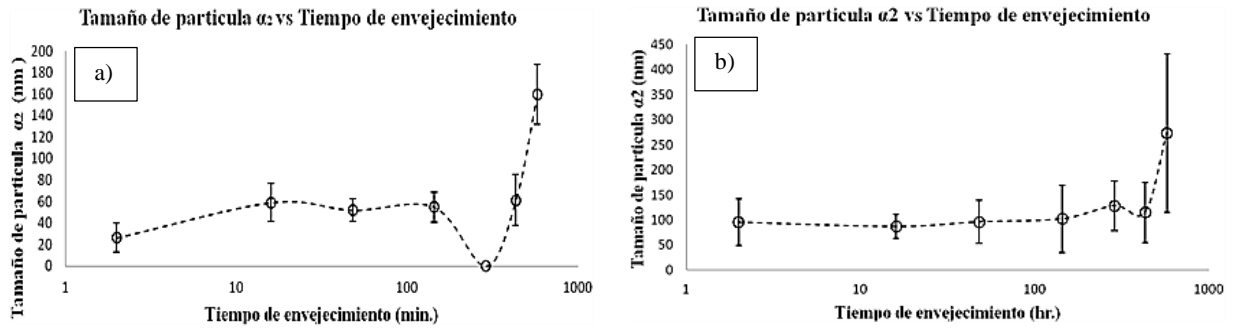


Figura 4. 10 Tamaño de partícula α_2 contra el tiempo de envejecido a 575°C a) estructura laminar, b) estructura equiaxial.[38]

En la Figura 4.11 se aprecia que la cantidad de precipitados va aumentando con respecto al tiempo de envejecido, en las imágenes a) y b) corresponden a un tiempo de envejecido de 0.5 hrs, en el cual se observó la presencia de precipitados α_2 en los límites de grano de α/β .

A las 100 hrs de envejecido los precipitados se puede ver más homogénea dentro del grano α teniendo también una preferencia de precipitación en las fronteras de grano. El tamaño y morfología de los precipitados intermetálicos α_2 se mantienen constantes. Para el tiempo de envejecido de 576 hrs, los precipitados α_2 se encuentran en un mayor número, situándose principalmente en grupos numerosos dentro de la matriz α , se observa que la fase α/β se encuentra en menor cantidad con respecto a las micrografías con poco tiempo de envejecido

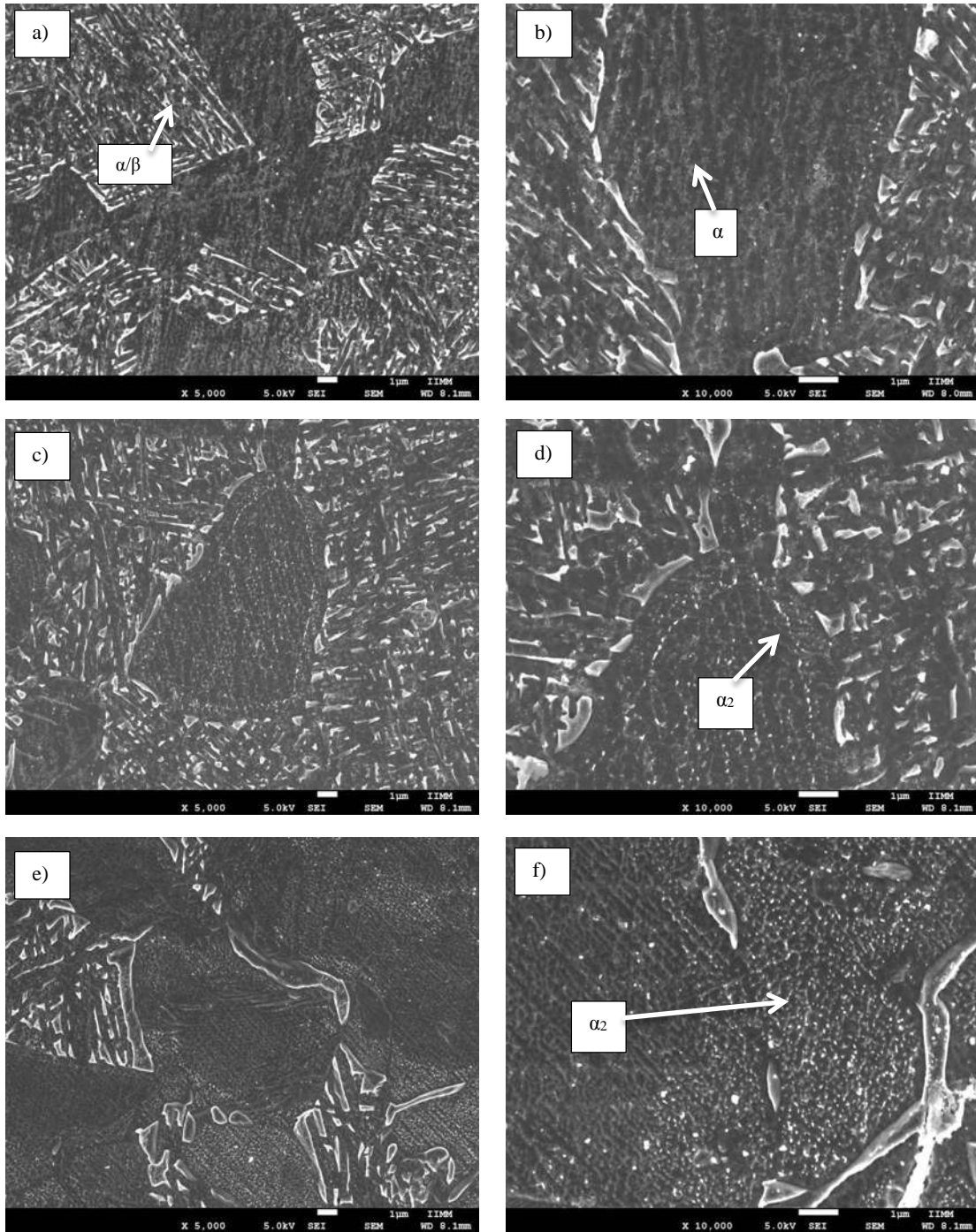


Figura 4. 11 Microestructuras bimodales a) 0.5 hrs, c) 100 hrs, e) 576 hrs a 5,000X y b) 2 0.5, d) 100 hrs y f) a 576 hrs a 10,000X

4.3 Técnicas de ultrasonido

4.3.1 Velocidad longitudinal

Los resultados obtenidos de la velocidad longitudinal para las tres microestructuras a 575°C se muestran en la Figura 4.12. Los valores resultantes obtenidos demuestran que las ondas ultrasónicas son susceptibles al cambio microestructural, en este caso a la presencia de precipitados α_2 , donde pudimos observar el incremento del tamaño de partícula, esto teniendo como consecuencia que la onda ultrasónica tardará más en recorrer la estructura. En el caso de la microestructura equiaxial, se puede apreciar que el aumento de velocidad va de acuerdo al aumento de tiempo de permanencia en el envejecido, y en este caso, al crecimiento de tamaño de grano. Para el caso de la microestructura laminar no se aprecia una tendencia clara, ya que la microestructura juega un gran papel en los resultados obtenidos y no así la presencia de los precipitados, aun con esto, diríamos que los valores de velocidad longitudinal para un tiempo de 576 horas se ve influenciado por el tamaño de partícula de los precipitados α_2 dentro de la matriz α , como se observó en la Figura 4.10.

Para la microestructura bimodal, la velocidad longitudinal se midió mediante la técnica de inmersión. Esta técnica resulta ser más precisa que la de contacto, ya que se tiene un mayor control de las variables que afectan cada medición, como por el ejemplo la presión que se le ejerce al transductor cuando se está haciendo la medición. En la Figura 4.12, la gráfica correspondiente a la microestructura bimodal, se observa una disminución en la velocidad ultrasónica con respecto al tiempo de permanencia del envejecido, como observamos en las micrografías de la microestructura bimodal, conforme va transcurriendo el tiempo de envejecido, la cantidad de precipitados va aumentando, sin embargo, la fase α/β se va degradando. Se observa que para un tiempo de 576 hrs los precipitados α_2 se encuentran distribuidos homogéneamente dentro de la fase α , mientras la fase α/β se encuentra en menor grado. En la Figura 4.13 se observa la variación del porcentaje de la fase α dentro de la microestructura, esto se calculó mediante el programa de procesamiento de imágenes ImageJ 1.48v, donde a 576 hrs la cantidad de fase α es mayor que con respecto del material base, donde se tiene una relación con la velocidad ultrasónica, a mayores tiempos de tratamiento térmico, menor es la velocidad ultrasónica longitudinal, esto tomando en cuenta la cantidad de precipitado y la disminución de la fase α/β dentro de la microestructura.

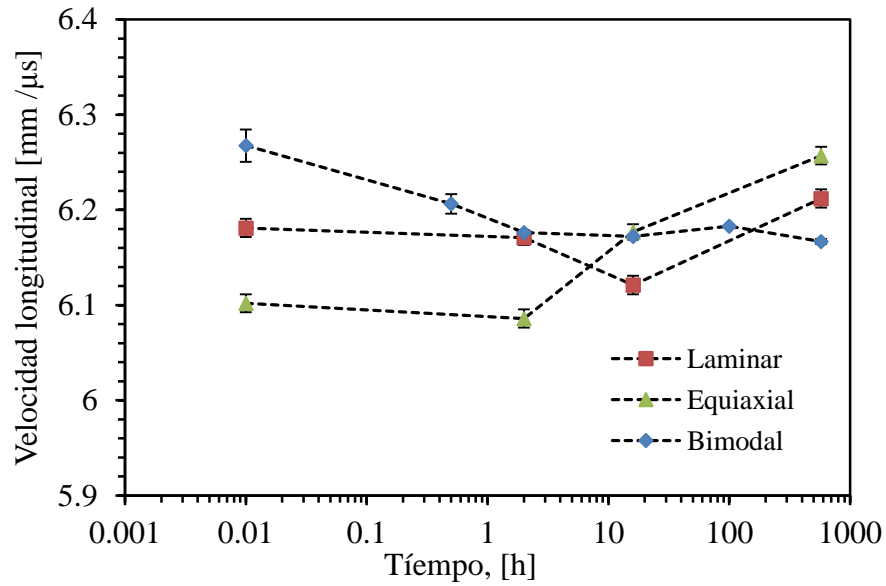


Figura 4. 12 Velocidades ultrasónicas longitudinales para las microestructuras laminar, equiaxial y bimodal a temperatura de envejecimiento de 575°C.

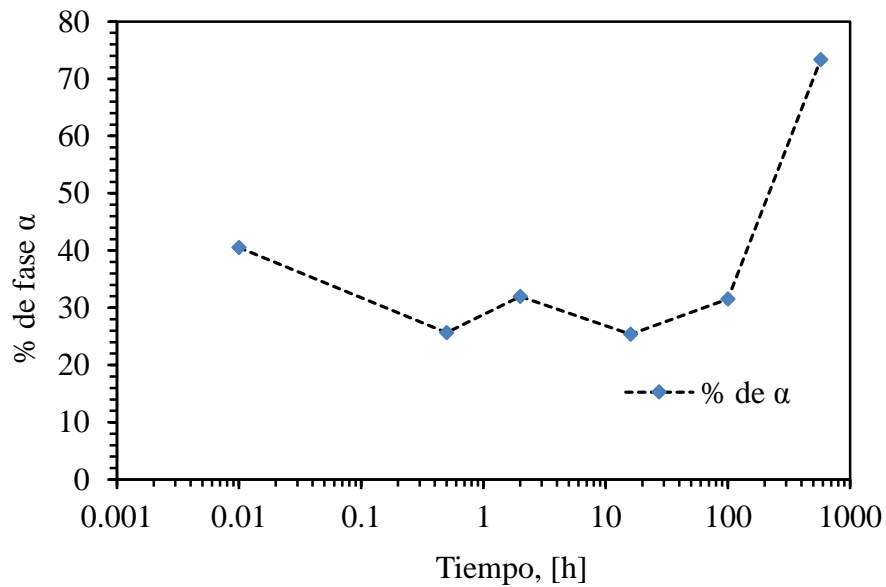


Figura 4. 13 Porcentaje de la fase α en la microestructura bimodal.

4.3.2 Atenuación ultrasónica.

Los resultados que se obtuvieron con las mediciones de atenuación se presentan en la Figura 4.14. Las figuras correspondientes a la microestructura laminares y el tiempo de

envejecido son a) 575°C, c) 545°C, e) 515°C, donde se observó que para las tres temperaturas, la atenuación con respecto a la frecuencia sigue un mismo patrón, se aprecia que los tiempos de envejecido que presenta mayor atenuación son los de 24 días, para las tres temperaturas de envejecido. Estos resultados pueden estar ligados al tipo de microestructura que se obtuvo después de los tratamientos térmicos de envejecido, ya que se observó que al ir aumentando el tiempo de envejecido, las plaquetas laminares α van haciéndose más gruesas y la dirección de estas mismas se van desorientando en comparación con las microestructuras obtenidas por tiempos cortos de envejecido. También podemos asumir que la atenuación en esta microestructura no está tan influenciada por la cantidad y tamaño de los precipitados α_2 , ya que es posible que la microestructura burda pueda estar enmascarando la influencia de los precipitados con los resultados obtenidos en estas mediciones.

En el caso de la microestructura equiaxial de la Figura 4.14, las diferentes temperaturas de envejecido que corresponden a b) 575°C, d) 545°C, f) 515°C. En esta microestructura se observó, en comparación con la laminar, tiene una tendencia más clara, sin embargo, se aprecia que las microestructuras que presentaron mayor atenuación fueron las de 2 hr y 16 hrs respectivamente, teniendo como 24 días la microestructura menos atenuante. Al observar la evolución de la microestructura equiaxial, podemos notar que no existe mayor cambio en cuanto el tamaño de grano y las fases α y β presentes, lo que lleva a asumir que los resultados de atenuación para esta microestructura están más ligados a la presencia de los precipitados α_2 existentes dentro de la matriz α .

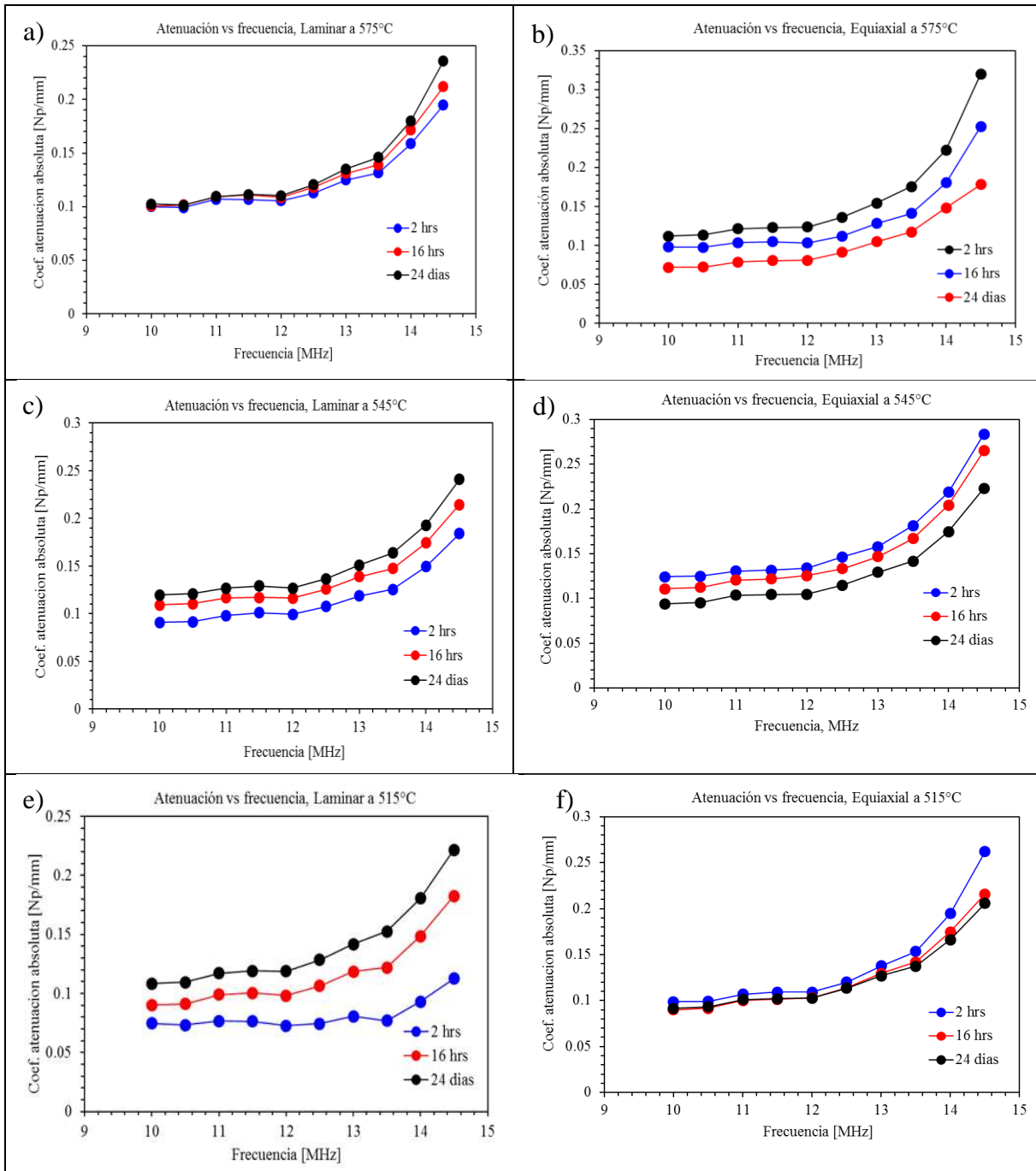


Figura 4. 14 Gráficas de atenuación contra frecuencia de las microestructuras laminares envejecidas a) 575°C, c) 545°C, e) 515°C, y equiaxiales envejecidas b) 575°C, d) 545°C, f) 515°C.

Como se mencionó, la atenuación se ve influenciada por la microestructura del material. La atenuación de la onda ultrasónica al pasar por la microestructura del material está compuesta por la pérdida por absorción y la pérdida por dispersión. La medición del

coeficiente de atenuación (α) es la suma del coeficiente de absorción α_A y el coeficiente de dispersión α_S y se puede escribir como se había visto en la Ecuación 2.10.

El proceso de absorción es atribuido a la transformación de la energía acústica en energía térmica, donde incluye mecanismos de interacción como la fricción interna causadas por las dislocaciones y la termoelasticidad. Por otro lado, la pérdida por dispersión está particularmente influenciada por los límites de fase, el tamaño de grano, inclusiones o poros, que esto causa un salto en la impedancia acústica. Cuando el tamaño promedio de grano, d , es menor a la longitud de onda ultrasónica, λ , la dispersión está en la región Rayleigh y puede ser evaluada por la expresión:

$$\alpha_s = S_c d^3 f^4 \quad (45)$$

Donde S_c es una constante, que puede ser determinada por la diferencia de la impedancia acústica en los límites de fase o por la anisotropía de estos granos. Cuando el tamaño promedio de grano es más grande que la longitud de onda ultrasónica, la dispersión está en la región estocástica y puede determinarse con la siguiente fórmula:

$$\alpha_s = \Sigma df^2 \quad (46)$$

Donde Σ es una constante, que está determinada por la diferencia de la impedancia acústica en los límites de grano o de fase. De acuerdo a esta analogía, podemos reescribir la ecuación X, de la siguiente manera

$$\alpha = C_1 f + \Sigma df^2 + S_c d^3 f^4 = C_1 f + C_2 f^2 + C_3 f^4 \quad (47)$$

Donde C_1 , C_2 y C_3 son constantes del material. De acuerdo a la Ecuación 47 y con la misma frecuencia, los valores C_1 , C_2 y C_3 representan la magnitud de la pérdida por absorción, por la dispersión en la zona Rayleigh y la dispersión en la zona estocástica[40]. Estas constantes se calcularon por medio de método de mínimos cuadrados y se muestran en la Tabla 4.1.

Podemos observar que en este caso, la pérdida por dispersión corresponden a las constantes C_2 y C_3 , y en el caso de la microestructura equiaxial, para la región estocástica, que está

denotada por la constante C_2 , esta va disminuyendo conforme va transcurriendo el tiempo de envejecido, esto se le puede atribuir a la presencia de la fase α_2 precipitada dentro de la fase α . Sin embargo, esta misma constante para la microestructura laminar, tiene un comportamiento inverso, lo que se le atribuye en gran medida a la morfología de los granos laminares α .

En las Figuras 4.15 y 4.16 se muestran los valores obtenidos de las pérdidas por absorción y dispersión para las microestructuras laminares y equiaxiales respectivamente. En la Figura 4.15 corresponden a los resultados de las microestructuras laminares, en donde podemos observar que la pérdida por dispersión es mayor en las microestructuras con mayor tiempo de envejecido, donde nuevamente se puede decir que es causado mayormente por la microestructura. Caso contrario, observamos en la Figura 4.16 y que para los valores de la microestructura equiaxial, nos muestra que tiene mayor grado de pérdida por dispersión las microestructuras con menor tiempo de envejecido, siendo esto por la presencia de precipitados y la homogeneidad de la microestructura.

Tabla 4. 1 Constantes C_1 , C_2 y C_3 en microestructuras equiaxial y laminar.

Equiaxial 515				Laminar 515			
	C_1	C_2	C_3		C_1	C_2	C_3
2 hrs	-0.0648	7.43E-03	-1.93E-05	2 hrs	-0.0328	3.23E-03	-6.94E-06
16 hrs	-0.0507	5.67E-03	-1.50E-05	16 hrs	-0.0435	4.60E-03	-1.15E-05
24 días	-0.0483	5.28E-03	-1.37E-05	24 días	-0.0514	5.43E-03	-1.36E-05
Equiaxial 545				Laminar 545			
	C_1	C_2	C_3		C_1	C_2	C_3
2 hrs	-0.0670	7.25E-03	-1.78E-05	2 hrs	-0.0411	4.29E-03	-1.08E-05
16 hrs	-0.0578	6.33E-03	-1.65E-05	16 hrs	-0.0537	5.67E-03	-1.39E-05
24 días	-0.0531	5.90E-03	-1.53E-05	24 días	-0.0610	6.51E-03	-1.60E-05
Equiaxial 575				Laminar 575			
	C_1	C_2	C_3		C_1	C_2	C_3
2 hrs	-0.0752	8.66E-03	-2.1E-05 (Ctrl)	2 hrs	-0.0504	5.35E-03	-1.30E-05
16 hrs	-0.0659	7.51E-03	-1.90E-05	16 hrs	-0.0535	5.80E-03	-1.46E-05
24 días	-0.0485	5.63E-03	-1.49E-05	24 días	-0.0588	6.51E-03	-1.64E-05

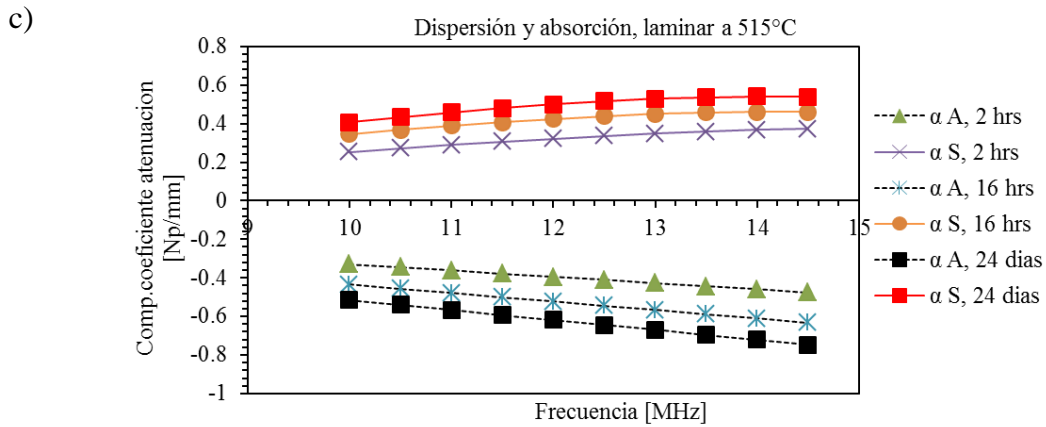
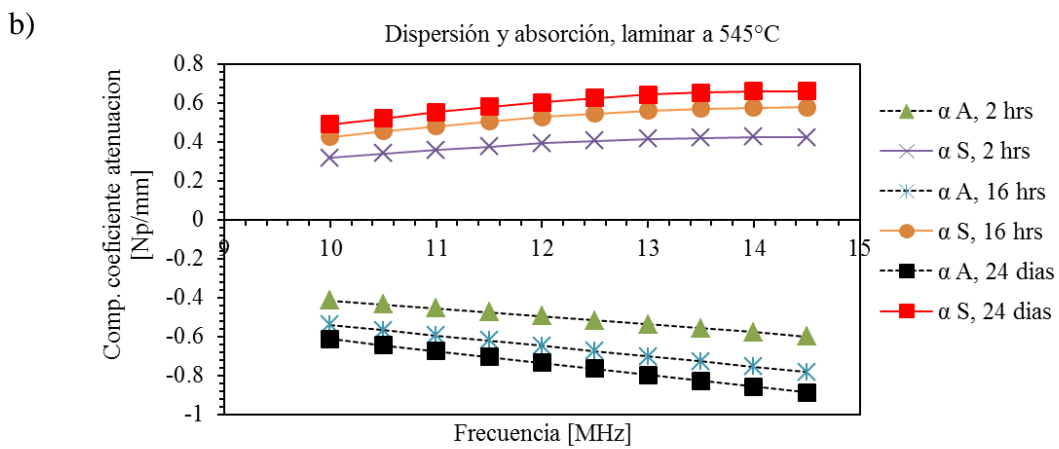
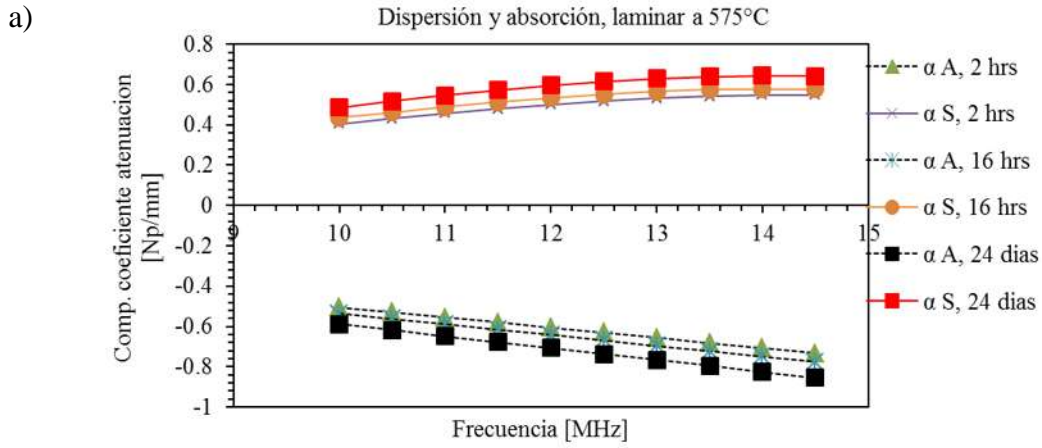
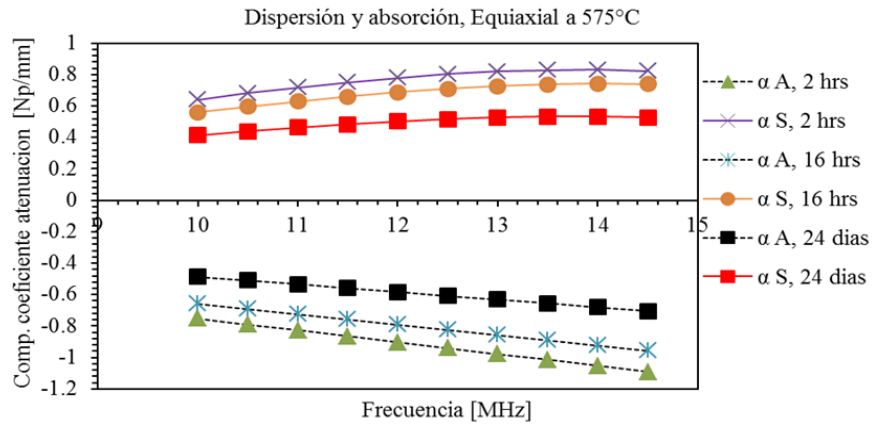
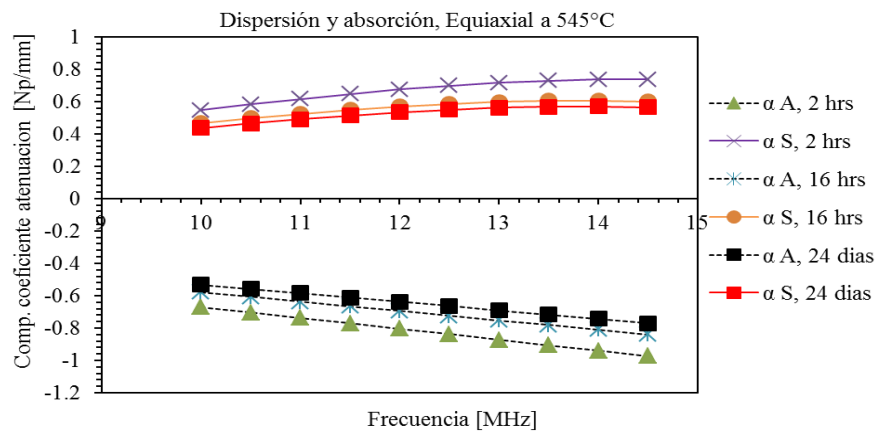


Figura 4. 15 Pérdida por dispersión (S) y absorción (A) con respecto a la frecuencia para una microestructura laminar.

a)



b)



c)

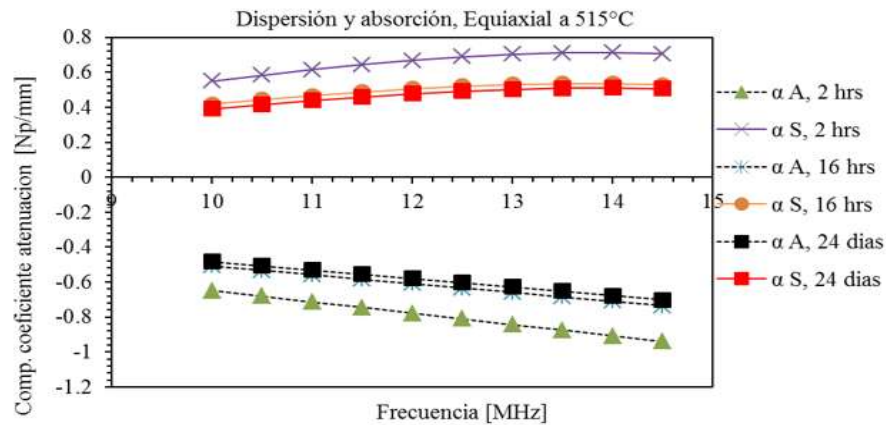


Figura 4. 16 Pérdida por dispersión (S) y absorción (A) con respecto a la frecuencia para una microestructura equiaxial.

4.4 Mediciones de potencial termoeléctrico. (PTE)

4.4.1 Método de punta caliente

Se realizaron mediciones de potencial termoeléctrico mediante el método de punta caliente. Estas mediciones fueron hechas con un termopar de punta de cobre.

4.4.2 Procedimiento de calibración para las mediciones realizadas con la punta de cobre (Cu).

Se procedió a realizar la calibración del equipo de PTE de punta caliente para convertir los valores de PTE relativo a valores de PTE absoluto.

Inicialmente se tomaron lecturas de los valores del coeficiente Seebeck absoluto para los diferentes materiales tales como: aluminio, cobre, alumel, chromel, Ti-6Al-4V y otras aleaciones como se muestran en la Tabla 4.2. Estos son valores tomados de referencias bibliográficas que representan valores conocidos para estos materiales.

Tabla 4. 2 Potencial termoeléctrico absoluto.

MATERIAL	POTENCIAL TERMOELÉCTRICO ABSOLUTO
Aluminio	-0.485
Cobre	1.94
Ti-6Al-4V	-5.1
Acero inoxidable 304L	-1.3351
Alumen	-18.2
Chromel	21.7

Posteriormente se realizaron varias mediciones de las probetas de los materiales antes mencionados, con la punta de cobre (Cu), en la modalidad de alta sensibilidad y se calculó la media aritmética de cada conjunto de mediciones a los distintos materiales, cuyos valores numéricos se muestra en la Tabla 4.3.

Tabla 4. 3 Mediciones de PTE para calibración de equipo.

MATERIAL	POTENCIAL TERMOELÉCTRICO ABSOLUTO ($\mu\text{V}/^\circ\text{C}$)	MEDICIONES PARA PUNTA DE COBRE (μV)
Aluminio	-0.485	46.9
Cobre	1.94	18.8
Ti-6Al-4V	-5.1	121.3
Acero inoxidable 304L	-1.3351	60.4
Alumen	-18.2	318.8
Chromel	21.7	-313.3

Con los valores mostrados en la tabla anterior, se grafica el Potencial Termoeléctrico absoluto contra las lecturas relativas para cada punta diferente, correspondiente a las ordenadas y abscisas, respectivamente.

Una vez que los valores son graficados se calcula la ecuación de regresión lineal mediante un programa de tratamiento de datos, en este caso se utilizó una hoja de cálculo de Excel, la cual muestra la ecuación que se ajusta a una línea recta de acuerdo a los valores introducidos así como el coeficiente de correlación, como se muestra en la Figura 4.17

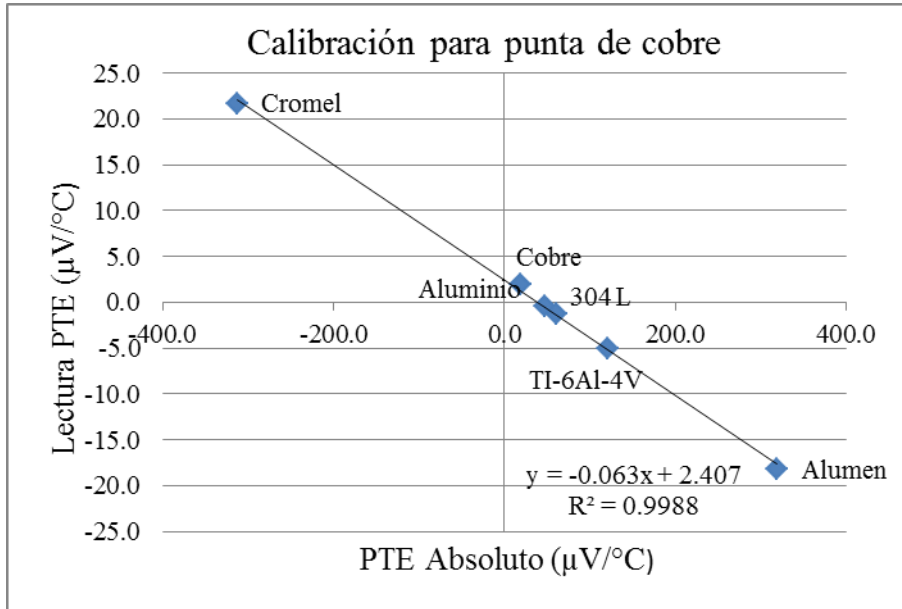


Figura 4. 17 Gráfico de calibración de Ti-6Al-4V con punta de cobre.

La ecuación de la recta que describe con mayor precisión la distribución de los puntos está escrita como sigue, además que presenta un buen factor de correlación de 0.9988.

$$y = -0.063x + 2.407 \quad (47)$$

El cálculo del PTE absoluto mediante la aplicación de la calibración del equipo por la ecuación de regresión de una recta, elimina el error de la medición del diferencial de temperatura ΔT en las uniones de la probeta con el material de referencia, ya que no es necesaria la aplicación de las ecuaciones del PTE que involucran el ΔT , únicamente se toman en cuenta los valores de voltaje producido por la diferencial de temperatura ΔV y mediante la ecuación de regresión lineal obtenemos el PTE absoluto ($\mu V/^\circ C$).

4.4.3 Método de punta caliente (punta de cobre).

Mediante la Ecuación 47 de regresión lineal, correspondiente a la punta de cobre, se sustituyeron los valores obtenidos en las mediciones para así convertirlos en valores absolutos, Las mediciones del potencial termoeléctrico se muestran en la Figura 4.18, donde podemos apreciar que para los valores de las microestructuras iniciales son muy parecidas entre sí para las microestructuras laminar, equiaxial y bimodal, con forme va

pasando el tiempo de envejecido estas empiezan a disminuir su valor. Para el caso de la microestructura laminar, presenta valores más negativos, esto posiblemente por la morfología de sus fases presentes y el tamaño de grano, lo que lleva a que la difusión de electrones sea más rápido que en la equiaxial, interactuando en menor medida con la fase precipitada.

Para el caso de la microestructura bimodal, que se muestra en la Figura 4.18, los valores obtenidos tienen una tendencia a disminuir desde el material base hasta las 16 hrs de envejecido, después de ese tiempo aumenta su valor nuevamente. Se puede decir que los valores obtenidos para esta microestructura son más negativos que las otras dos, al ser hacerse más negativas, esto nos lleva a pensar que la difusión de electrones es mucho más lenta, esto tiene que ver con el tamaño de grano y la cantidad de granos existentes teniendo mayor densidad de fronteras de granos α y α/β , mismas que reducen la difusión eléctrica.

Para todos los casos, se muestra una tendencia, la cual, va disminuyendo a partir del material base hasta un tiempo de 16 hrs, después de ese tiempo las mediciones se empiezan a estabilizar en el caso de la microestructura laminar y equiaxial, y a incrementar para el caso de la bimodal.

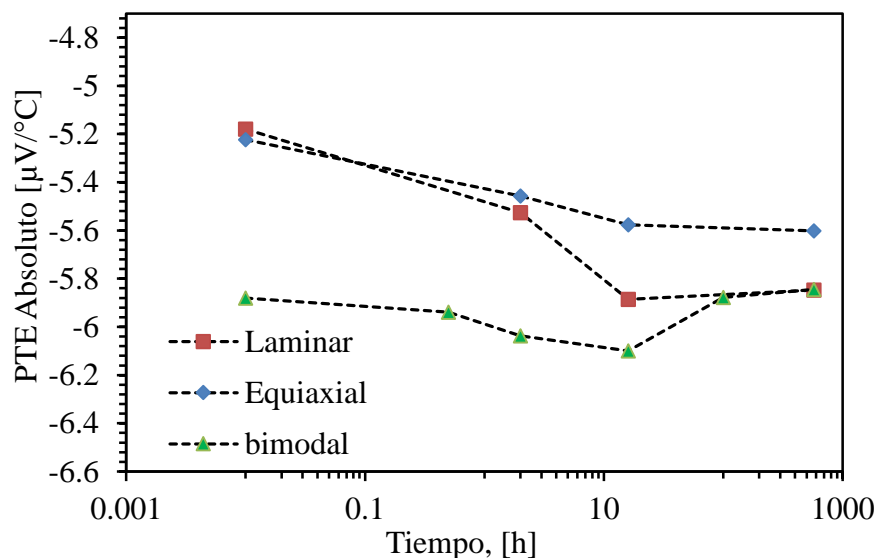


Figura 4. 18 PTE con método de punta caliente (punta de cobre) de microestructura laminar, equiaxial y bimodal.

4.5 Microdureza Vickers.

Los resultados de microdureza Vickers para las tres microestructuras se muestran en la Figura 4.19.

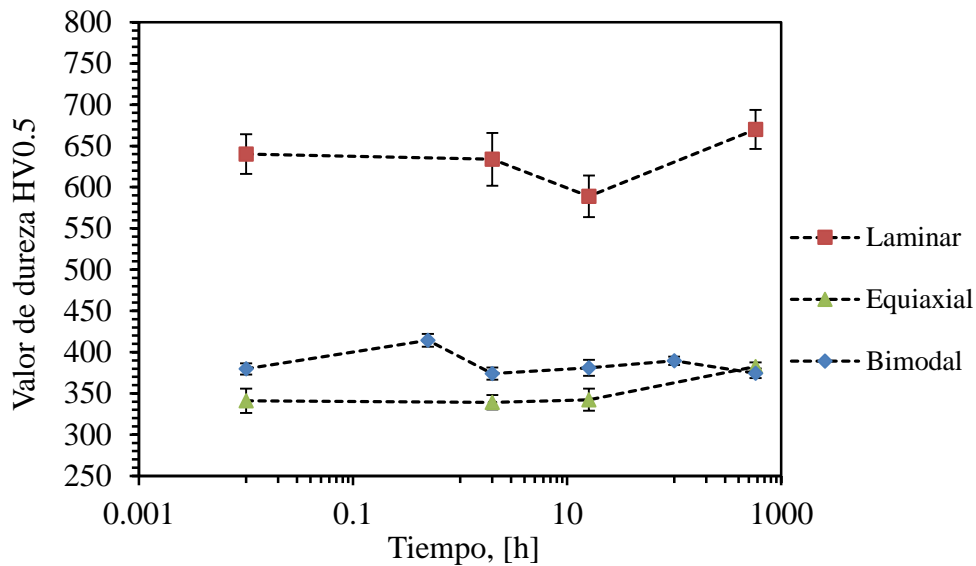


Figura 4. 19 Microdureza Vickers

En la microestructura laminar, se presenta un valor más elevado de dureza, esto tiene relación a la morfología de la microestructura. La dureza presenta una variación a las 16 hrs, esto se puede atribuir a la morfología de las láminas α con respecto a la fase β , la dureza mayor es alcanzada a las 576 hrs, lo cual nos dice que la cantidad de precipitados y la morfología de la microestructura aumentan los valores de dureza en el material.

Para el caso de la microestructura equiaxial, presenta valores más homogéneos, ya que la microestructura, como ya se habló, tiene una morfología similar en todos los tiempos de envejecido, sin variación notable entre la cantidad de fase α y β . Se puede apreciar que para un tiempo de 576 hrs, la dureza aumenta, esto se le atribuye a los precipitados α_2 dentro de la matriz α .

En los resultados de la microestructura bimodal, tenemos un aumento en los primeros 30 minutos, después de ese tiempo de envejecido, dureza se mantiene constante hasta las 576

hrs que presenta una disminución. Esto puede atribuirse a la morfología de la fase α/β y la cantidad de precipitados, ya que como se observó en las micrografías, el aumento de los precipitados es proporcional a la disminución de esta fase.

4.6 Velocidad transversal o de corte.

Para el caso de la velocidad de corte se tiene una tendencia similar a la velocidad longitudinal. En la Figura 4.23 se muestra la velocidad en posición de 0° y 90° , que corresponden a la velocidad rápida y lenta respectivamente. No se tiene un cambio significativo en estos dos modos, ya que esta medición es sensible a la dirección de laminación del material. Esta textura del material se disminuyó mediante el tratamiento de solubilizado.

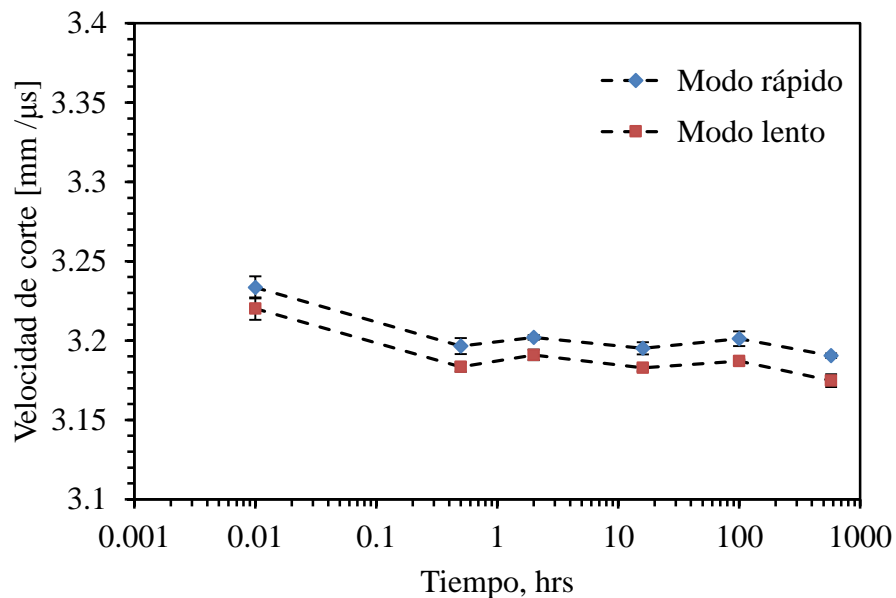


Figura 4. 20 Velocidad transversal de microestructura bimodal.

El factor de anisotropía de la microestructura bimodal se calculó con la siguiente formula

$$FA = \frac{(c_{sf} - c_{ss})}{c_{prom}} \times 100 \quad (48)$$

Donde c_{sf} es la velocidad de corte en su modo rápido y c_{ss} corresponde a la velocidad de corte en su modo lento y por ultimo c_{prom} es el promedio de la velocidad de corte en sus dos modos, rápido y lento. La figura 4.21 muestra el factor de anisotropía de la microestructura bimodal en los diferentes tiempos de envejecido.

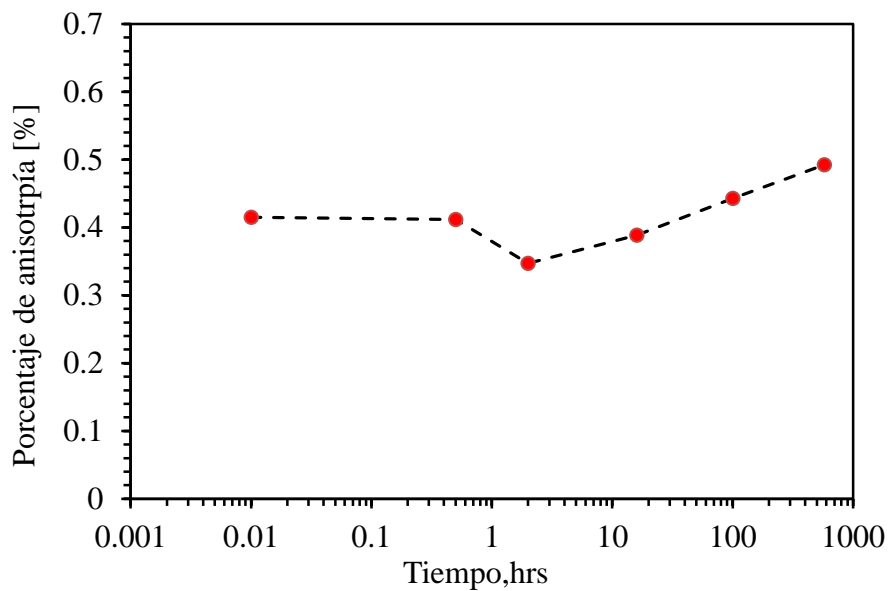


Figura 4. 21 Factor de anisotropía en función del tiempo de envejecido.

Se puede observar que a las 2 hrs de envejecido el factor de anisotropía decae, mientras que para los tiempos siguientes, este factor aumenta de tal forma que para el tiempo de 576 hrs tenemos un máximo valor de anisotropía. Cabe señalar que tiene un valor de 0.41 para el material base y un valor de 0.49 para el máximo tiempo de envejecido, siendo una diferencia del 0.08 %. En este caso, el material venía laminado por el proceso de fabricación, al hacerle un tratamiento de solubilizado a 950 °C, la textura del material cambió de tener granos alargados, a tener granos equiaxiados en fracciones de α y α/β .

4.7 Trabajo futuro

- Realizar mediciones de velocidad ultrasónica por inmersión en las microestructuras laminar y equiaxial.
- Mediciones de atenuación ultrasónica en la microestructura bimodal.
- Ampliar el rango de temperaturas de envejecimiento
- Realizar pruebas destructivas como tensión e impacto como método comparativo con los ensayos no destructivos.

5. Conclusiones.

Se mostró que la técnica de ultrasonido es sensible a los cambios que presenta la aleación Ti-6Al-4V, en sus tres variantes microestructurales: laminar, equiaxial y bimodal, envejecida a una temperatura de 575°C, que entra en el rango de precipitación de las nanopartículas intermetálicas α_2 dentro de la matriz α .

La velocidad longitudinal fue sensible a los cambios microestructurales, sin embargo, los cambios en la velocidad longitudinal para las microestructuras equiaxial y bimodal se le atribuyen a la presencia y tamaño de los precipitados α_2 dentro de la matriz α , por otro lado en la microestructura laminar, los cambios tienen más influencia por la morfología del material.

El cambio de atenuación ultrasónica fue sensible a los cambios microestructurales. En el caso de la microestructura equiaxial, la presencia y tamaño de precipitados α_2 dentro de la matriz α están ligados al aumento de atenuación ultrasónica, así como a los cambios en la dispersión. Para la microestructura laminar, se mostró que estos cambios están influenciados por el cambio microestructural entre las fases α y β a lo largo del tiempo de envejecimiento y no así por la cantidad de precipitados α_2 dentro de la matriz α .

La técnica de potencial termoeléctrico resultó ser sensible a la evolución de los precipitados, mostrando una tendencia similar en las tres microestructuras.

En los resultados de la microdureza Vickers se observó que es sensible a los cambios microestructurales así como la presencia de precipitados. Se muestra un aumento para las microestructuras laminar y equiaxial, teniendo su máximo valor a las 576 hrs de tratamiento de envejecido. Para la microestructura bimodal la tendencia a disminuir, esto se le atribuyó al aumento de la fase precipitada α_2 dentro de la matriz α .

La velocidad ultrasónica transversal fue sensible a los cambios microestructurales en la microestructura bimodal, teniendo un comportamiento similar que la dureza y la velocidad longitudinal.

6. Referencias

1. LEYENS C, PETERS M. *Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications*. 1 ed. Weinheim. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. 2003.
2. Supra alloys, Titanium Grade 5. [en línea] disponible en: <http://www.supraalloys.com/titanium-grades.php>. [consultado Noviembre 2013].
3. KOBAYASHI M, FUNAMI K, SUZUKI S, OUCHI C. *Manufacturing process and mechanical properties of fine TiB dispersed Ti-6Al-4V alloy composites obtained by reaction sintering*. **Materials Science and Engineering: A**. 243(1-2), 279-284, 1998.
4. LEE D-G, LEE S, LEE C S. *Quasi-static and dynamic deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy containing fine α -Ti₃Al precipitates*. **Materials Science and Engineering: A**. 366(1), 25-37, 2004.
5. LEE D-G, LEE S, LEE Y. *Effect of precipitates on damping capacity and mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy*. **Materials Science and Engineering: A**. 486(1-2), 19-26, 2008.
6. FREITAS V L D A, ALBUQUERQUE V H C D, SILVA E D M, SILVA A A, TAVARES J M R S. *Nondestructive characterization of microstructures and determination of elastic properties in plain carbon steel using ultrasonic measurements*. **Materials Science and Engineering: A**. 527(16-17), 4431-4437, 2010.
7. VARGAS-ARISTA B, BALVANTIN A, BALTAZAR A, GARCÍA-VÁZQUEZ F. *On the use of ultrasonic spectral analysis for the characterization of artificially degraded API 5L X52 steel pipeline welded joints*. **Materials Science and Engineering: A**. 550(0), 227-234, 2012.
8. PALANICHAMY P, JOSEPH A, JAYAKUMAR T, RAJ B. *Ultrasonic velocity measurements for estimation of grain size in austenitic stainless steel*. **NDT & E International**. 28(3), 179-185, 1995.
9. KUMAR A, JAYAKUMAR T, RAJ B, RAY K K. *Characterization of solutionizing behavior in VT14 titanium alloy using ultrasonic velocity and attenuation measurements*. **Materials Science and Engineering: A**. 360(1-2), 58-64, 2003.
10. GÜR C H, TUNCER B O. *Characterization of microstructural phases of steels by sound velocity measurement*. **Materials Characterization**. 55(2), 160-166, 2005.
11. KORDE N, KUNDU T. *Material hardness and ageing measurement using guided ultrasonic waves*. **Ultrasonics**. 53(2), 506-510, 2013.
12. TSUJIMOTO T. *The Titanium-Rich Corner of the Ternary Ti-Al-V System*. **Trans. Jpn. Inst. Met.** 10(281-286), 1969.
13. HELLIER C. *Handbook of nondestructive evaluation*. ed. USA. McGraw Hill. 2003.
14. GRAND A. *Soldadura por fricción lineal de las aleaciones de titanio: caracterización de una soldadura longitudinal mediante ensayos a tracción*. Tesis Maestría. Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Universidad Politécnica de Cataluña. España. 2006.
15. LI J C M. *Microstructure and Mechanical Properties of Titanium Alloys*. En; Microstructure and Properties of Materials. LÜTJERING G. ed. Germany. World Scientific 2000.
16. LI J C M. *Microstructure and Properties of Materials*. ed. World Scientific. 2000.
17. LÜTJERING G. *Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α + β) titanium alloys*. **Materials Science and Engineering: A**. 243(1-2), 32-45, 1998.
18. ASKELAND D R, PHULÉ P P. *Ciencia e ingeniería de los materiales*. ed. Thomson. 2004.
19. SEMIATIN S L, SEETHARAMAN V, WEISS I. *The thermomechanical processing of alpha/beta titanium alloys*. **JOM**. 49(6), 33-39, 1997.
20. BLITZ J, SIMPSON G. *Ultrasonic Methods of Non-destructive Testing*. ed. London, UK. Chapman and Hall. 1996.
21. THURSTON R N, PIERCE A D, PAPADAKIS E P. *Reference for Modern Instrumentation, Techniques, and Technology: Ultrasonic Instruments and Devices II: Ultrasonic Instruments and Devices II*. ed. Elsevier Science. 1998.

22. G.A.L.H. *NKS Ultrasonido*. 3 ed. México. 1983.
23. ORTIZ N. *Caracterización no destructiva, microestructural y mecánica de acero inoxidable dúplex 2205 envejecido térmicamente*. Tesis Doctoral. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas. UMSNH.México. 2012.
24. THURSTON R N, PIERCE A D. *Ultrasonic Measurement Methods*. ed. Elsevier Science. 2012.
25. PAPADAKIS E P. *Ultrasonic Diffraction Loss and Phase Change in Anisotropic Materials*. **The Journal of the Acoustical Society of America**. 40(4), 863-876, 1966.
26. PAPADAKIS E P. *Diffraction of Ultrasound Radiating into an Elastically Anisotropic Medium*. **The Journal of the Acoustical Society of America**. 36(3), 414-422, 1964.
27. RUIZ A, SANCHEZ A, CARREON H. *DETERMINACIÓN ULTRASÓNICA DEL TAMAÑO DE GRANO DE ANILLOS DE ACERO POR MEDICIONES EXPERIMENTALES DE ATENUACIÓN ULTRASÓNICA Y LA TEORÍA UNIFICADA DE STANKE Y KINO*. **Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales**. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, UMSNH, Morelia, México. 3(214-219, 2006.
28. MACDONALD D K C. *Thermoelectricity: An Introduction to the Principles*. ed. Dover Publications. 2013.
29. ROWE D M. *Thermoelectrics Handbook: Macro to Nano*. ed. Taylor & Francis. 2005.
30. HEIKES R R, URE R W, URE R W. *Thermoelectricity*. ed. Interscience Publ. 1961.
31. CABALLERO F G, CAPDEVILA C, ALVAREZ L F, GARCÍ, AMP, X, A DE ANDRÉS C. *Thermoelectric power studies on a martensitic stainless steel*. **Scripta Materialia**. 50(7), 1061-1066, 2004.
32. BARRERA G, BARRIUSO GÓMEZ S, CARREÓN H, GARCÍA CABALLERO F, GONZÁLEZ-CARRASCO J L. *Assessment of blasting induced effects on medical 316 LVM stainless steel by contacting and non-contacting thermoelectric power techniques*. 2012.
33. RANA R, SINGH S B, MOHANTY O N. *Thermoelectric power studies of copper precipitation in a new interstitial-free steel*. **Scripta Materialia**. 55(12), 1107-1110, 2006.
34. COSTE J F, LEBORGNE J M, MASSOUD J P, BORRELLY R. *Development of a Portable Device for Thermoelectrical Power Measurement—Application to the Inspection of Duplex Stainless Steel Components*. En; *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*. THOMPSON D, CHIMENTI D. ed. Springer US. 2095-2102. 1999.
35. MUTLU I, OKTAY E, EKINCI S. *Characterization of microstructure of H13 tool steel using ultrasonic measurements*. **Russian Journal of Nondestructive Testing**. 49(2), 112-120, 2013.
36. ROSEN M, HOROWITZ E, FICK S, RENO R C, MEHRABIAN R. *An investigation of the precipitation-hardening process in aluminum alloy 2219 by means of sound wave velocity and ultrasonic attenuation*. **Materials Science and Engineering**. 53(2), 163-177, 1982.
37. RUIZ A, ORTIZ N, CARREÓN H, RUBIO C. *Utilization of Ultrasonic Measurements for Determining the Variations in Microstructure of Thermally Degraded 2205 Duplex Stainless Steel*. **Journal of Nondestructive Evaluation**. 28(3-4), 131-139, 2009.
38. VIJAYALAKSHMI K, MUTHUPANDI V, JAYACHITRA R. *Influence of heat treatment on the microstructure, ultrasonic attenuation and hardness of SAF 2205 duplex stainless steel*. **Materials Science and Engineering: A**. 529(0), 447-451, 2011.
39. SANTOVEÑA B. *CARACTERIZACIÓN POR MEDIO DE TÉCNICAS NO DESTRUCTIVAS DE NANOPARTICULAS PRECIPITADAS EN UNA ALEACIÓN Ti-6Al-4V TRATADA TÉRMICAMENTE POR ENVEJECIMIENTO*. Tesis de Maestría Instituto de Investigaciones Metalúrgicas. UMSNH.México. 2013.
40. LIU X, TAKAMORI S, OSAWA Y. *Effect of matrix structure on ultrasonic attenuation of ductile cast iron*. **Journal of Materials Science**. 42(1), 179-184, 2007.

